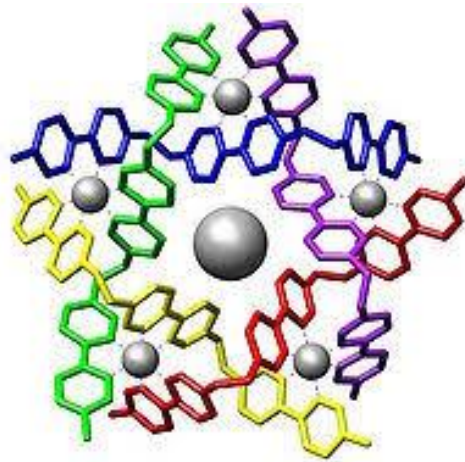


**О.Ю.КИЧКИРУК, Н.В. КУСЯК**

**СОРБЦІЙНІ МЕТОДИ В ХІМІЧНОМУ АНАЛІЗІ**



**Житомирський державний університет імені Івана Франка**  
**Факультет природничий**  
**Кафедра хімії**

**ІНСТРУКТИВНО-МЕТОДИЧНІ МАТЕРІАЛИ ДО ЛАБОРАТОРНИХ ЗАНЯТЬ**

**Вибіркової освітньої компоненти**

**Сорбційні методи в хімічному аналізі**

<b>Галузь знань</b>	відповідно до переліку ( <a href="https://zu.edu.ua/offic/licence.pdf">https://zu.edu.ua/offic/licence.pdf</a> )
<b>Спеціальність</b>	відповідно до переліку ( <a href="https://zu.edu.ua/offic/licence.pdf">https://zu.edu.ua/offic/licence.pdf</a> )
<b>Предметна спеціальність</b>	відповідно до переліку <a href="https://zu.edu.ua/offic/pr-pred-spec.pdf">https://zu.edu.ua/offic/pr-pred-spec.pdf</a>
<b>Спеціалізація</b>	відповідно до переліку <a href="https://zu.edu.ua/offic/pr-pred-spec.pdf">https://zu.edu.ua/offic/pr-pred-spec.pdf</a>
<b>Освітня програма</b>	відповідно до переліку <a href="https://eportfolio.zu.edu.ua/op/department/0">https://eportfolio.zu.edu.ua/op/department/0</a>
<b>Факультет/ІНІ</b>	<a href="https://eportfolio.zu.edu.ua/op/">https://eportfolio.zu.edu.ua/op/</a>

Автори:

к.х.н., доцент Кичкирук Ольга

к.х.н., доцент Кусяк Наталія

Розглянуто та схвалено

на засіданні кафедри хімії

Протокол від «12» січня 2022 р. № 8

Завідувач кафедри \_\_\_\_\_ Олена АНІЧКІНА

Житомир 2022

УДК 544.7  
ББК 24  
К-46

*Рекомендовано до друку вченою радою Житомирського державного  
університету імені Івана Франка  
(протокол № 4 від 25.03.2022 р.)*

### **Рецензенти:**

**Кусяк Андрій** – кандидат хімічних наук, старший науковий співробітник відділу наноматеріалів Інституту хімії поверхні НАН України

**Мельник Оксана** - кандидат педагогічних наук, старший науковий співробітник Інституту хімії високомолекулярних сполук

**Камінський Олександр** - кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Житомирського державного університету імені Івана Франка

### **Кичкирук О.Ю., Кусяк Н.В.**

Інструктивно-методичні матеріали до лабораторних занять вибіркової освітньої компоненти «Сорбційні методи в хімічному аналізі» / Кичкирук О.Ю., Кусяк Н.В. – Житомир: Вид-во ЖДУ ім. І. Франка, 2022. – 37 с.

Інструктивно-методичні матеріали розроблені згідно робочої програми вибіркової освітньої компоненти «Сорбційні методи в хімічному аналізі». У виданні містяться короткі теоретичні відомості, контрольні питання й задачі, рекомендації до виконання лабораторних занять та рекомендована навчальна література.

© Кичкирук О.Ю. 2022  
© Кусяк Н.В. 2022  
© Житомирський державний університет  
імені Івана Франка, 2022

## ЗМІСТ

1	Вступ.....	5
2	Лабораторне Тема. Вивчення сорбційних властивостей заняття № 1 мінеральних адсорбентів (4 год).....	6
3	Лабораторне Тема. Побудова ізотерм адсорбції сполук на заняття № 2 поверхні кремнезему (4 год).....	9
4	Лабораторне Тема. Адсорбція оцтової кислоти на активованому заняття № 3 вугіллі (4 год).....	14
5	Лабораторне Тема. Фізико-хімічні методи дослідження поверхні заняття № 4 сорбційних матеріалів (4 год).....	18
6	Лабораторне Тема. Модифікування поверхні силікагелю заняття № 5 органічними реагентами (4 год).....	23
7	Лабораторне Тема. Розділення суміші $Ag^+$ , $Cu^{2+}$ , $Hg^{2+}$ - йонів заняття № 6 методом осадової хроматографії (4 год).....	24
8	Лабораторне Тема. Тонкошарова хроматографія (4 год)..... заняття № 7	27
9	Завдання до модульної контрольної роботи.....	31
10	Рекомендована література.....	34

## ВСТУП

Метою й завданнями дисципліни «Сорбційні методи в хімічному аналізі» є вивчення основних механізмів та умов сорбційних процесів, особливостей будови та властивості деяких сорбентів; вивчення питань механізму і умов сорбційних процесів; вивчення класичних сорбційних процесів за участю сорбційних матеріалів різного походження; вивчення особливостей хімічних процесів на поверхні кремнеземних сорбентів.

Лабораторний практикум передбачає 28 аудиторних годин, які заплановано у вигляді 7 лабораторних занять.

Метою цього посібника є ознайомлення здобувачів з окремими положеннями теорії і практики сорбційних методів аналізу, зокрема хроматографічного аналізу, екстракційних методів, які безпосередньо використовуються для розробки методик розділення, ідентифікації та кількісного визначення близьких за властивостями речовин, формування уявлення про класичні та найбільш уживані фізико-хімічні сучасні методи. Більшість методів хімічного аналізу не завжди дають можливість провести якісний та кількісний аналіз складних сумішей. Тому в аналізі складних сумішей виключне значення мають методи розділення або виділення окремих компонентів за участю сорбційних матеріалів.

Інструктивно-методичні матеріали містять інструкції до 7 лабораторних занять та завдання до однієї модульної роботи. Дана розробка може бути важливим доповненням лекційного матеріалу та має на меті сприяти кращому засвоєнню здобувачами теоретичних та практичних основ дисципліни.

## Лабораторне заняття № 1 (4 год)

### Вивчення сорбційних властивостей мінеральних адсорбентів

**Мета заняття.** Ознайомитись з основними характеристиками поруватих матеріалів .

**План заняття**

1. Теоретичні аспекти сорбційних процесів
2. Метод презентацій та доповідей
3. Експериментальна частина. Виконання дослідів

**Питання для самостійного опрацювання. Підготувати повідомлення**

1. *Поняття про адсорбцію та адсорбенти*
2. *Кінетика та динаміка адсорбції*
3. *Поняття про пористість та пористі матеріали*
4. *Питома поверхня та методи її визначення*
5. *Сорбційна ємність та методи її визначення*
6. *Класифікація кремнеземів за розмірами пор*
7. *Функціональні групи на поверхні кремнеземів*
8. *Методи визначення розмірів пор поруватих матеріалів*
9. *Нанопористі матеріали: переваги та недоліки*
10. *Переглянути відеодослід «Сорбційні властивості медичного препарату «Біле вугілля» і «Активоване вугілля» за посиланням*

<https://www.youtube.com/watch?v=cAyS8wabNas>

#### Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПЗ	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
1		10	20	20	20	15			15			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПЗ – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні

#### Рекомендована література

1. Іваненко І. М. Теоретичні основи, технологія і обладнання адсорбційних процесів. Розділ 1. Промислові адсорбенти, їх властивості і застосування. - Київ КПІ ім. Ігоря Сікорського. – 2017. – 37 с.

[https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/29416/1/MV\\_PZ\\_TO%2C%20OAP.pdf](https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/29416/1/MV_PZ_TO%2C%20OAP.pdf)

2. Федорченко С. В. Хроматографічні методи аналізу. - Івано-Франківськ : Прикарп. нац. ун-т ім. В. Стефаника. - 2012. – 146 с.

3. Зайцев В.Н. Комплексообразующие кремнеземы. Синтез, строение привитого слоя и химия поверхности – Х.: Фолио. – 1997. – 233 с.

4. Тертых В. А., Белякова Л. А. Химические реакции с участием поверхности кремнезема АН УССР, Ин-т химии поверхности. – К.: Наук. Думка. - 1991. – 260 с.

5. Яцимирський В.К., Павленко В.О., Савченко І.О. та ін.. Хімія. Підручник. – К.: Ірпінь: Перун. - 2010 - 432 с.
6. Костенко Л.С., Зайцев В.М. Кремнеземи, функціоналізовані похідними амінофосфонової кислоти // Український хімічний журнал. — 2009. — Т. 75, № 10. — С. 83-90.
7. Яновська Е. С., Кузовенко В. А., Кичкирук О. Ю., Тьортих В. А. Сорбційні властивості силікагелю з ковалентно закріпленим 1-(2-піридилазо)-2-нафтолом щодо іонів токсичних металів [http://eprints.zu.edu.ua/16862/1/09\\_yanovska\\_es.PDF](http://eprints.zu.edu.ua/16862/1/09_yanovska_es.PDF)
8. Верба В. В., Запорожець О. Л., Сухан В. В., Кравченко С. М., Грушко І. А. Твердофазний аналітичний реагент для визначення Бісмуту(III) та молібдену(VI) у вигляді тіоціанатних комплексів [http://ekmair.ukma.edu.ua/bitstream/handle/123456789/8571/verba\\_vv.pdf](http://ekmair.ukma.edu.ua/bitstream/handle/123456789/8571/verba_vv.pdf)
9. Рева Т., Зайцев В., Трохименко О., Сорбційна здатність кремнеземів з прищепленими комплексоутворюючими групами до іонів Zn(II), Hg(II), Fe(III), Cu(II), Cd(II) та Pb(II) [http://visnyk.chem.univ.kiev.ua/arhiv/2010/48/vknyx\\_2010\\_48\\_9.pdf](http://visnyk.chem.univ.kiev.ua/arhiv/2010/48/vknyx_2010_48_9.pdf)
10. <https://studfile.net/preview/2276603/#6>  
<https://studfile.net/preview/2276603/#6>
11. <http://science.lpnu.ua/uk/keywords-paper/sorbciya-0>
12. Галиш В.В. Сорбційне вилучення іонів цезію з водних розчинів <https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/16141/1/1.pdf>

### Інструкція до виконання:

#### Експериментальна частина

**Реактиви:** водні розчини фарб (фуксин, чорнило та інші); плюмбум нітрат, 0,1 н розчин; калій йодид, 0,1 н розчин; активоване вугілля; спиртовий розчин йоду, розчини барвників (брильянтовий зелений, синька, метиловий оранжевий, лакмус), дистильована вода, біле вугілля, активоване вугілля, 2н розчин купрум(II) сульфату, 10% розчин аміаку, силікагель, 1М розчин хлоридної кислоти, 2н розчин кобальт сульфату, алюміній оксид.

**Обладнання:** 2 плоскодонні колби (ємність 500 мл); крапельниці; 3 мірних стакани ємністю 100 мл; конічна колба ємністю 150 мл; ділильна лійка з корком; штатив; водоструменевий вакуумний насос; хроматографічна колонка з діаметром 10 мм, фільтрувальний папір, лійка; пробірки.

*Дослід 1.* Налити в пробірку декілька мілілітрів розбавленого водного розчину будь-якої фарби, насипати туди ж 0,3 – 0,5 г дрібно стовченого активованого вугілля. Збовтувати вміст пробірки протягом 2 – 3 хв., після чого рідину відфільтрувати в чисту пробірку. Чим пояснюється зникнення забарвлення взятого розчину? Дати пояснення.

**Дослід 2.** Налити в пробірку 2 – 3 мл розчину плюмбум нітрату і такий же об'єм розчину калій йодиду. Яка речовина випала в осад? Її забарвлення? Написати рівняння реакції. Налити в невелику колбу близько 10 мл розчину плюмбум нітрату і всипати туди ж 2 –3 г дрібно стовченого активованого вугілля. Суміш збовтувати протягом декількох хвилин, після чого відфільтрувати 2 – 3 мл рідини в чисту пробірку. До фільтрату додати 2 – 3 мл розчину калій йодиду. Спостерігайте за результатом досліду. Чому не утворився осад? Дати пояснення. Зробити висновки.

---

---

### **Дослід 3.**

а) У дві плоскодонні колби налити по 100 мл дистильованої води. В кожену додати по 10 крапель йодної настоянки за допомогою одноразової крапельниці. В одну колбу додати 1 г білого вугілля, а в іншу 1 г активованого вугілля. Закрити колби корками і ретельно струшувати протягом 5 хвилин. Потім залишити розчини на кілька хвилин, щоб вони відстоялись. Спостерігайте за забарвленням розчинів. Якщо забарвлення розчинів у колбах набуло синього кольору, це свідчить про те, що під час виготовлення медичних препаратів використовували крохмаль. Підігріти вміст колб на електричній плитці протягом кілька хвилин. Зафіксуйте забарвлення розчинів. Зробіть висновки.

б) У дві плоскодонні колби налити по 100 мл дистильованої води. В кожену додати по 3-5 крапель розчину барвника, наприклад, брильянтового зеленого, за допомогою одноразової крапельниці. В одну колбу додати 1 г білого вугілля, а в іншу 1 г активованого вугілля. Закрити колби корками і ретельно струшувати протягом 5 хвилин. Потім залишити розчини на кілька хвилин, щоб вони відстоялись. Спостерігайте за інтенсивністю забарвлення розчинів.

### **Дослід 4. Адсорбція комплексу купруму з аміаком на силікагелі**

<https://www.youtube.com/watch?v=RXva1cwHQ84&t=4s>

Закрипити в лапках штатива ділильну лійку. За допомогою скляної лійки помістити в ділильну лійку 1 г силікагелю.

В конічній колбі ємністю 150 мл отримати розчинну комплексну сполуку тетрамінкупрум(II) сульфату синього кольору, змішавши 10 мл розчину купрум сульфату з надлишком 10% розчину аміаку. Напишіть відповідне рівняння реакції одержання комплексної сполуки

---

Для вивчення адсорбції залити розчин комплексної сполуки у ділильну лійку із силікагелем так, щоб він покрив весь сорбент. Закрити лійку корком і обережно струсити суміш.

У мірний стакан ємністю 100 мл за допомогою кранику злити розчин із ділильної лійки.



Промити силікагель у ділильній лійці кілька разів дистильованою водою. Спостерігайте за забарвленням сорбенту. Зробіть висновки. Напишіть рівняння реакції руйнування комплексної сполуки

---

Для проведення десорбції залийте забарвлений силікагель у ділильній лійці 1М розчином хлоридної кислоти. Перемішайте вміст ділильної лійки. Злийте розчин у мірний стакан. Повторіть кілька разів до знебарвлення силікагелю.

Проведіть якісну реакцію на йони купруму(II) у стакані, додаючи розчин аміаку. Спостереження запишіть у вигляді рівняння реакції

---

### **Дослід 5. Розділення купруму і кобальту сульфатів на силікагелі (алюміній оксиді)**

<https://www.youtube.com/watch?v=2cgeEx1eHfY>

В мірному стакані на 200 мл змішати розчини купрум та кобальт сульфатів у співвідношенні 1:1. Необхідно взяти по 30 мл кожного розчину. Оскільки обидва розчини забарвлені, утворена суміш матиме темно-фіолетове забарвлення.

Хроматографічну колонку заповнити сорбентом (силікагель або алюміній оксид) на половину її висоти і приєднати до вакуумного насосу. Суміш солей залити у хроматографічну колонку. Спостерігати як з часом суміш розчинів буде просуватися вздовж хроматографічної колонки. При цьому один розчин буде рухатися швидше за інший. Це пов'язано із сорбційною здатністю йонів металу. Запишіть, який із розчинів краще утримується сорбентом.

---

З часом нижній шар сорбенту в колонці забарвлюється в рожевий колір, а верхній – в блакитний. Зберіть в окремі мірні стакани розчин кобальт(II) сульфату і купрум(II) сульфату, окремо зібравши суміш, яка може виходити з колонки на межі двох розчинів.

### ***Лабораторне заняття № 2 (4 год)***

#### ***Побудова ізотерм адсорбції сполук на поверхні кремнезему***

*Мета заняття.* Освоїти основні етапи вивчення сорбційних властивостей кремнеземних матеріалів

*План заняття*

1. Приготування розчинів
2. Взяття наважки сорбенту та проведення процесу сорбції
3. Проведення вимірювань та побудова калібрувального графіку
4. Визначення концентрації іонів у розчині до сорбції

5. Проведення сорбції та визначення концентрації іонів після сорбції
6. Проведення розрахунків

### Питання для самостійного опрацювання

1. Наведіть визначення понять “адсорбція”, “абсорбція”, “адсорбент”, “адсорбат”, “коефіцієнт розподілу”, “ізотерма адсорбції”.
2. Назвіть основні типи ізоTERM адсорбції. Поясніть відмінність між поняттями “адсорбція” і “сорбція”.
3. Назвати фактори, від яких залежить адсорбція
4. Характеристика хімічної і фізичної адсорбції
5. Способи приготування розчинів та встановлення їх концентрації
6. Поняття про ізоTERMU адсорбції. Типи ізоTERM

### Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПЗ	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
2		20		30	20	20			10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПЗ – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні

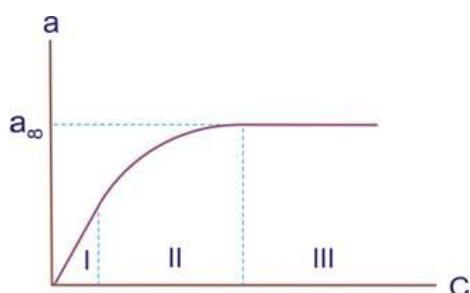
### Рекомендована література

1. Іваненко І.М., Донцова Т.А., Феденко Ю.М. Адсорбція, адсорбенти і каталізатори на їх основі.- Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. – 232 с.
2. Федорченко С. В. Хроматографічні методи аналізу. - Івано-Франківськ : Прикарп. нац. ун-т ім. В. Стефаніка. - 2012. – 146 с.

### Теоретичні відомості

Кількісно адсорбція характеризується величиною адсорбції  $\Gamma$ , що показує кількість адсорбтива  $X$ , що адсорбувалася одиницею маси або поверхні адсорбенту:  $\Gamma = X / m$  або  $\Gamma = X / S$ , де  $m$  і  $S$  - відповідно маса і площа поверхні адсорбенту.

Величину адсорбції часто виражають в ммоль/г. Величина адсорбції залежить від різних чинників: природа адсорбенту і адсорбтива, концентрації адсорбтива в об'ємі фази, температури та інших чинників. ІзоTERMU адсорбції є залежність величини адсорбції від рівноважної концентрації речовини в розчині при адсорбції з розчинів /або від тиску газів при адсорбції газової фази/, при постійній температурі. Для математичного опису ізоТЕРMU



мономолекулярної адсорбції використовують рівняння ізоТЕРMU Ленгмюра:

$$A = A_{\max} * kC / (1 + kC)$$

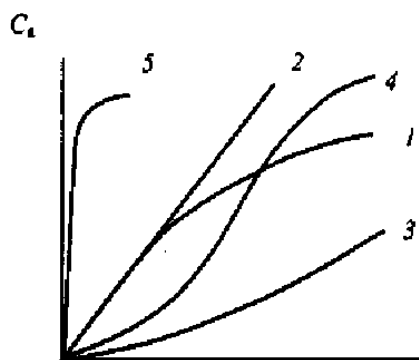
**ІзоTERMU адсорбції.** Для адсорбента певної маси кількість адсорбованої речовини залежить від концентрації (чи парціального тиску) речовини, що адсорбується. Чим вища

концентрація чи парціальний тиск речовини, тим більше її адсорбується. Залежність кількості речовини, адсорбованої з газуватої або рідкої фази ( $C_a$ ), від її концентрації в розчині ( $C$ ) у стані рівноваги за сталої температури називають *ізотермою адсорбції*. Графіки  $a = f(c)$  або  $a = f(p)$  при  $T = \text{const}$  називають **ізотермами адсорбції**. Вигляд звичайної ізотерми наведений на рис 1.

Вона має три характерні ділянки. Початкова, яка стрімко піднімається вгору майже прямолінійною ділянкою, показує, що за невеликих концентрацій адсорбція пропорційна концентрації. Це область, у якій виконується закон Генрі:  $a = K \cdot c$ , де  $K$  - константа Генрі, яка не залежить від концентрації  $c$ . В області I поверхня адсорбенту більш вільна.

Майже горизонтальна ділянка III відповідає великим концентраціям і поверхні адсорбенту, яка повністю насичена адсорбатом. За цих умов, якщо на поверхні утворюється лише мономолекулярний шар адсорбату, кількість його практично не залежить від концентрації. Середня ділянка II кривої відповідає проміжним ступеням заповнення поверхні.

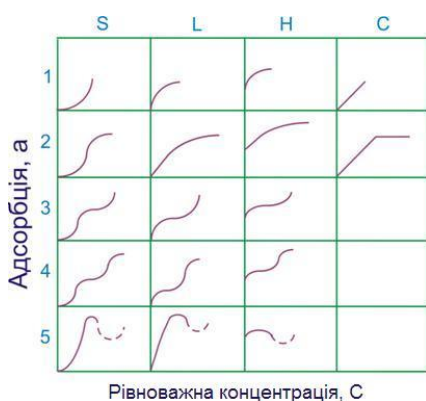
Основні типи ізотерм адсорбції наведено на рисунку «Основні типи ізотерм адсорбції»:



1 – випукла, ізотерма Ленгмюра (I – тип); 2 – ізотерма Генрі (прямолінійна); 3 – увігнута, ізотерма Фрейндліха; 4 – s-подібна; 5 – H-тип (хемосорбція)

Фундаментальним внеском у вчення про адсорбцію є **теорія Ленгмюра**. Ця теорія дозволяє враховувати найбільші відхилення від закону Генрі, пов'язані з обмеженістю поверхні адсорбенту. Ця обставина приводить до адсорбційного насичення поверхні адсорбенту в міру збільшення концентрації адсорбованої речовини. Це положення є основним у теорії Ленгмюра та уточнюється такими припущеннями:

1. адсорбція локалізована на деяких адсорбційних центрах, кожен із яких взаємодіє тільки з однією молекулою адсорбату;
2. адсорбційні центри енергетично еквівалентні;
3. адсорбовані молекули не взаємодіють одна з одною.



Одним із опорних пунктів теорії Ленгмюра є констатація відсутності взаємодії частинок адсорбату в адсорбційному шарі. Однак ленгмюровська адсорбція є лише окремим випадком у різноманітному світі адсорбційних процесів. На рис. наведені різні форми ізотерм адсорбції з розбавлених розчинів.

Виходячи з форми початкової ділянки, були виділені чотири характерних класи ізотерм (S, L, H, C). Розподіл ізотерм на окремі типи в кожному

класі пов'язаний із подальшою зміною їх форми при більш високих концентраціях. Клас L (клас Ленгмюра) є найбільш загальним. Ізотерми типу L2 досягають насичення, подальша адсорбція, вища за цей рівень, дає ізотерму типу L3. Якщо досягається друге плато – то маємо справу з ізотермою L4. Для ізотерм типу L5 характерна наявність максимуму. Максимум відображає змінення стану речовини в розчині - наприклад, асоціацію молекул при визначеній концентрації. Подібний, хоча й не такий повний, набір типів ізотерм отриманий і для інших класів.

Початкова ділянка ізотерм S-класу вигнута відносно осі концентрацій, однак надалі часто іде точка перегину, що і надає ізотермі характерну S-подібну форму.

Ізотерми класу H (висока спорідненість - high) спостерігається за найсильнішої адсорбції при дуже низьких концентраціях; вони перетинаються з віссю ординат. Ізотерми класу C (constant) мають початкову лінійну ділянку, що вказує на сталий розподіл розчиненої речовини між розчином і адсорбентом (стала швидкість адсорбції).

Теоретичний аналіз різних типів ізотерм адсорбції дозволяє отримати багато корисної інформації про механізм адсорбції. При цьому слід брати до уваги величину енергії активації процесу видалення молекул адсорбату з поверхні адсорбенту. Якщо взаємодія між адсорбованими молекулами дуже мала, енергія активації не залежить від ступеня заповнення поверхні, а це призведе до ізотерми типу L або H.

Якщо сила взаємодії між адсорбованими молекулами більша від сили взаємодії між розчиненою речовиною й адсорбентом, енергія активації підвищується й адсорбція описується ізотермою типу S. У цьому випадку молекули розчиненої речовини прагнуть розміститися на поверхні у вигляді ланцюгів.

Ізотерми типу H спостерігаються в тих випадках, коли проходить хемосорбція.

Ізотерма типу C є характерною для адсорбції на мікропористих адсорбентах і відповідає таким умовам, за яких кількість адсорбційних центрів залишається постійною в широкій області концентрацій. У міру заповнення одних центрів з'являються нові, і доступна для адсорбції поверхня збільшується пропорційно кількості адсорбованої речовини.

### **Інструкція до виконання:**

#### **Експериментальна частина**

**Прилади, посуд, реактиви:** Фотоелектроколориметр. Конічні колби об'ємом 100 мл, 5 шт. Мірні колби об'ємом 100 мл, 5 шт. Мірні колби об'ємом 250 мл, 2 шт. Градуйована піпетка на 10 мл, піпетка Мора об'ємом 25 мл, 1 шт. Стандартний розчин купрум(II) сульфату (1 мг  $\text{Cu}^{2+}$  в 1 мл=0,0156 М). Розчин аміаку 5 %-ний. Мірні колби

*Приготування стандартного розчину.* Приготувати 250 мл модельного розчину, що містить концентрацію іонів купруму 1 мг/мл. Для цього зважити на аналітичних вагах в мірному стаканчику 0,94 г мідного купоросу (з точністю до 4 цифр після коми), розвести дистильованою водою і перенести в мірну колбу

на 250 мл. Після точного зважування розрахуйте вміст іонів  $\text{Cu}^{2+}$  у мг/мл з точністю 4 цифри після коми. Модельний розчин розвести так, щоб одержати у мірній колбі на 250 мл розчин із концентрацією 0,4 мг/мл (розведення у 2,5 рази).

---

---

---

*Визначення кінетики процесу сорбції.* Зважити на аналітичних вагах на предметному склі п'ять зразків по 0,5 г сорбенту. Перенести їх в 5 конічних колб об'ємом 100 мл, внести в кожну з них піпеткою Мора по 25 мл модельного розчину купрум(II) сульфату. Струшувати колби наступним чином: першу колбу протягом 15 хвилин, другу колбу протягом 30 хвилин, третю- протягом 45 хвилин, четверту – 60 хвилин та п'яту - 75 хвилин. Після закінчення часу змішування відфільтрувати розчини від сорбента і проаналізувати їх на вміст іонів купруму (за нижче вказаною методикою) разом із вихідним модельним розчином. Розрахувати ступінь вилучення іонів важких металів ( $R$ , %) із модельного розчину за формулою:  $R = (C_0 - C_p)/C_0 * 100\%$ , де  $C_0$  і  $C_p$  – вихідна і кінцева концентрація іонів купруму, відповідно, мг/л. За отриманими результатами побудувати графік залежності ступеня вилучення від тривалості сорбції  $R = f(\tau)$ .

---

---

---

*Визначення сорбційної ємності сорбента.* Приготувати і пронумерувати 5 мірних колб об'ємом 100 мл. В кожній з колб приготувати розчин з різними концентраціями іонів купруму: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мг/л. Для цього використовують модельний розчин з концентрацією 1 мг/мл і його розводять відповідно у 10, 20, 30, 40, 60 разів. Порядок розведення наступний: в першу мірну колбу внести Для цього внести в кожну з них градуйованою піпеткою відповідно по 10; 5; 3,3; 2,5; 1,7 мл модельного розчину і розвести до мітки дистильованою водою. Зважити 5 наважок сорбента по 0,5 г і помістити їх у конічні колби місткістю 100 мл. Внести в кожну з колб із сорбентом по 25 мл приготовлених розчинів, відмірявши їх піпеткою Мора. Залишити колби на 60 хвилин, періодично струшуючи їх вміст і після закінчення часу відфільтрувати розчини від сорбенту та проаналізувати їх на вміст іонів купруму (за нижче вказаною методикою). Визначити вихідну концентрацію іонів купруму у модельних розчинах (за нижче вказаною методикою). Розрахувати адсорбцію іонів купруму з модельних розчинів за формулою:

$A = (C_0 - C_p) * V/m$ , де  $C_0$  і  $C_p$  – вихідна та рівноважна концентрації іонів купруму, відповідно, мг/л<sup>3</sup>;  $V$  – об'єм розчину, який очищується, мл;  $m$  – маса наважки сорбента, г. За розрахованими даними побудувати графік залежності величини адсорбції від концентрації іонів купруму у розчині  $A = f(C)$ .

---

---

---

*Аналіз розчинів на вміст іонів купруму.* Визначення іонів купруму в розчинах проводять у вигляді аміакатів. При дії надлишку аміаку на розчин солі купруму з'являється інтенсивне синє забарвлення внаслідок утворення комплексних іонів:  $\text{Cu}^{2+} + 4\text{NH}_3 = [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ .

*Побудова градуовального графіка.* Приготуйте стандартні розчини тетраамінкупрум(II) сульфату з вмістом купрум(II) 2,5 мг; 5 мг; 10 мг; 15 мг; 20 мг; 25 мг; використовуючи вихідний робочий розчин  $\text{CuSO}_4$ , що містить 1 мг/мл  $\text{Cu}^{2+}$ . Для цього в мірні колби місткістю 50 мл внесіть: відповідно 2,5 мл; 5,0 мл; 10 мл; 15 мл; 20 мл; 25 мл робочого розчину солі купруму; 10 мл 5 % розчину аміаку. Розрахуйте концентрації у кожній колбі (мг/мл).

Доведіть об'єм кожної колби до позначки дистильованою водою. Добре перемішайте розчини і фотометруйте їх в кюветах з  $l = 1$  см. Як розчин порівняння візьміть розчин комплексу, що містить 5 мг  $\text{Cu}^{2+}$ . Якщо вміст купрум(II) у розчині, який фотометрують є меншим ніж в розчині порівняння, встановіть по ньому оптичний нуль приладу і по відношенню до нього виміряйте світлове поглинання досліджуваного розчину. Знайдене значення оптичної густини візьміть із знаком "-". Вимірювання оптичної густини кожного розчину проведіть не менше трьох разів. Одержані дані занесіть у таблицю:

$\text{C}_{\text{Cu}^{2+}}$ , мг/мл						
<b>D</b>						

З одержаних даних побудуйте градуовальний графік залежності оптичної густини  $D$  тетраамінкупрум(II) сульфату від концентрації  $C$ .

*Контрольне визначення іонів купрум(II).* До досліджуваного розчину, що містить купрум(II), приліть 10 мл 5% розчину аміаку і доведіть об'єм розчину до 50 мл дистильованою водою. Виготовлений розчин через 10 хв фотометруйте з вибраним світлофільтром відносно розчину порівняння, що містить 5,0 мг купрум(II). Користуючись градуовальним графіком, знайдіть концентрацію і розрахуйте масу купрум(II) в досліджуваному розчині.

---

---

---

### **Лабораторне заняття № 3 (4 год)** **Адсорбція оцтової кислоти на активованому вугіллі**

*Мета заняття.* Дослідження адсорбційної здатності активованого вугілля

(якісні реакції).

### План заняття

1. Метод проектів та доповідей
2. Приготування розчинів
3. Вивчення сорбційних властивостей активованого вугілля

### Завдання для самостійного вивчення:

1. Методи синтезу активованого вугілля.
2. Сировина для отримання активованого вугілля.
3. Способи модифікування активного вугілля. Які речовини називаються поверхнево-активними? Привести приклади. Використання ПАР.
4. Що таке поверхнева активність? Як пов'язана ця величина з адсорбцією?
5. Роль адсорбції в хімії, техніці, біологічних процесах.

### Рекомендована література

1. Іваненко І.М., Донцова Т.А., Феденко Ю.М. Адсорбція, адсорбенти і каталізатори на їх основі.- Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. – 232 с.
2. Федорченко С. В. Хроматографічні методи аналізу. - Івано-Франківськ : Прикарп. нац. ун-т ім. В. Стефаника. - 2012. – 146 с.
3. Яцимирський В.К., Павленко В.О., Савченко І.О. та ін.. Хімія. Підручник. – К.: Ірпінь: Перун. - 2010 - 432 с.

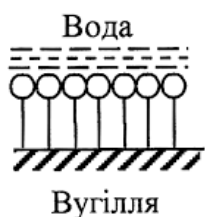
### Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПЗ	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
3		10	15	30	20	15	-	-	10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПЗ – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні

### Теоретичні відомості

Адсорбція оцтової кислоти із водного розчину на активованому вугіллі відноситься до фізичної адсорбції. Адсорбція відбувається на активних адсорбційних центрах за рахунок електростатичної взаємодії атомів центрів з полярними молекулами СН<sub>3</sub>СООН. Оскільки молекули оцтової кислоти дифільні, то при утворенні адсорбційного шару вони орієнтуються гідрофобною (вуглеводневою) частиною молекули у бік водного розчину.



При адсорбції на гідрофільному адсорбенті з неполярного або малополярного розчинника поверхнево-активні речовини (ПАР) орієнтуються в адсорбційному шарі так, що полярна група звернена до адсорбенту, а неполярний вуглеводневий ланцюг – у бік розчинника. При адсорбції ПАР з неполярного розчинника на гідрофобному адсорбенті молекули цієї речовини майже не набувають якої-небудь переважної

орієнтації і погано адсорбуються своїми полярними групами у бік розчинника, а неполярними – у бік гідрофобного адсорбенту. Така орієнтація приводить до сильної адсорбції речовини. Для зменшення адсорбції розчинника при молекулярній адсорбції з водних розчинів звичайно застосовують гідрофобний адсорбент (наприклад: вугілля, тальк), а при адсорбції з неполярних розчинників – гідрофільний адсорбент (наприклад: силікагель, глина). Отже, адсорбція протікає краще, оскільки в результаті цього процесу зменшується відмінність в полярності адсорбенту і розчинника.

В результаті сорбції молекул оцтової кислоти на межі розподілу фаз запас надмірної вільної енергії знижується. Величина адсорбції залежить від природи адсорбтива, адсорбенту, а також від концентрації адсорбтива.

Величину адсорбції визначають об'ємним методом кількісного аналізу. Знаходять концентрацію  $\text{CH}_3\text{COOH}$  в розчині до ( $C_0$ ) та після досягнення адсорбційної рівноваги ( $C_p$ ) і розраховують величину адсорбції ( $A$ ) за формулою:  $\frac{(C_0 - C_p) \cdot V}{m}$ , де  $V$  – об'єм розчину, в якому проводять адсорбцію;  $m$  – наважка сорбенту

### Інструкція до виконання:

#### Експериментальна частина

**Необхідні реактиви:** стандартний розчин оцтової кислоти 1 моль екв/л (1 л) ; розведені розчини оцтової кислоти різної концентрації: 0,03н, 0,06н, 0,1н, 0,2н, 0,3н; активоване вугілля; NaOH (титрант); спиртовий розчин фенолфталеїна; фільтрувальний папір; аналітичні терези з важками.

**Посуд:** 5 конічних колб (ємність 250 мл) з пробками; 5 лійок з фільтрами; 5 конічних колб (для збирання фільтрату); бюретка; мірні циліндри на 25 мл, 50 мл.

1. Для вивчення адсорбції оцтової кислоти на активованому вугіллі з вихідного розчину (1 н) методом послідовного розведення приготувати по 100 мл розчинів оцтової кислоти наступних концентрацій: 0,03н, 0,06н, 0,1н, 0,2н, 0,3н. Це вихідні розчини для вивчення адсорбції ( $C_0$ ). Для цього в мірні колби на 100 мл піпеткою Мора відміряти попередньо розраховані об'єми вихідного 1н розчину оцтової кислоти і довести вміст колби дистильованою водою до мітки.

$C_{\text{станд. розчину}}$ , МОЛЬ ЕКВ/Л	$C_0$ , МОЛЬ ЕКВ/Л	Розведення (разів)	$V_{\text{станд. 1 н}}$ розчину, МЛ
1	0,04	25	4
1	0,05	20	5
1	0,1	10	10
1	0,2	5	20
1	0,4	2,5	40

2. Для точного визначення початкової концентрації оцтової кислоти кожний з приготовлених розчинів відтитрувати 0,1 н розчином натрій гідроксиду в присутності фенолфталеїну. Для цього відібрати по 10 мл перших трьох розчинів і по 1 мл четвертого і п'ятого розчинів. Після титрування



концентрацію кислоти розраховують за законом еквівалентів по формулі:

$$C_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{CH}_3\text{COOH}}} = \underline{\hspace{10em}}$$

№	Об'єм кислоти, мл	Об'єм лугу, що пішов на титрування, мл				Концентрація лугу Секв(NaOH), моль екв/л	C <sub>0</sub> оцтової кислоти, Секв CH <sub>3</sub> COOH, моль екв/л
		1	2	3	V <sub>сер</sub>		
1	10					0,1	
2	10					0,1	
3	10					0,1	
4	1					0,1	
5	1					0,1	

3. У п'ять конічних колб з пробками (місткістю 250 мл) влити по 25 мл кожного з вказаних вище розчинів. Колби пронумерувати.

4. Зважити на аналітичних вагах по 1 г активованого вугілля і внести його в колби, закрити корками і збовтувати протягом 10 хв.

5. Розчини відфільтрувати, а в отриманому фільтраті визначити концентрацію кислоти кожного розчину, після досягнення адсорбційної рівноваги (C<sub>p</sub>). Для титрування лугом з першого, другого та третього розчинів відібрати по 10 мл фільтрату, а з четвертого і п'ятого розчинів по 1 мл.

№	Об'єм кислоти, мл	Об'єм лугу, що пішов на титрування, мл				Концентрація лугу Секв(NaOH), моль екв/л	C <sub>p</sub> оцтової кислоти, Секв CH <sub>3</sub> COOH, моль екв/л
		1	2	3	V <sub>сер</sub>		
1	10					0,1	
2	10					0,1	
3	10					0,1	
4	1					0,1	
5	1					0,1	

6. Для побудови ізотерми адсорбції розраховують сорбційну ємність активованого вугілля в кожній колбі. Кількість адсорбованої в кожній колбі оцтової кислоти розраховують за формулою у мілімолях оцтової кислоти на 1 г вугілля, (ммоль/ г):

$$A = \frac{(C_0 - C_p) \cdot V}{m} = \underline{\hspace{10em}}$$

де V = 25 мл (0,25 л), m = 1 г.

#### Експериментальні та розрахункові дані

№	Початкова концентрація оцтової кислоти C <sub>0</sub> , моль екв/л	Рівноважна концентрація оцтової кислоти C <sub>p</sub> , моль екв/л		(C <sub>0</sub> -C <sub>p</sub> ), ммольекв/л	A, ммоль/г
		моль екв/л	ммоль екв/л		

7. Графік ізотерми адсорбції будують на міліметровому папері в координатах C<sub>p</sub>(ось X)-A(ось Y).

**Лабораторне заняття № 4 (4 год)**  
**Фізико-хімічні методи дослідження поверхні сорбційних матеріалів**

*Мета заняття.* Дослідити деякі параметри сорбційних матеріалів з використанням фізичних методів дослідження.

*План заняття.*

1. Опрацювання теоретичних основ і положень
2. Підготовка розчинів і проведення досліджень (на вибір)
3. Оформлення результатів досліджень, формулювання висновків

**Індивідуальні завдання**

*Підготувати усне повідомлення на тему*

1. Вимірювання рН потенціометричним методом. Обладнання та розрахунки.
2. Функціональні групи поверхні активованого вугілля
3. Функціональні групи поверхня кремнеземів
4. Вимірювання в кількісному аналізі з використанням калібрувального графіка.
5. Вимірювання концентрації речовин з використанням фотометричного аналізу. Суть методу і розрахунки. Обладнання і посуд.
6. Атомно-абсорбційний спектральний аналіз. Суть методу, обладнання, розрахунки.
7. Закон світлопоглинання Бугера-Ламберта-Бера. Математичні формули, застосування в аналізі
8. Метод кислотно-основного титрування. Реагенти, розрахунки.
9. Способи приготування розчинів. Формули для обрахунків різних концентрацій розчинів. Закон еквівалентів і його використання в титриметричному аналізі.
10. Суть титриметричного аналізу. Способи титрування. Класифікація методів титриметричного аналізу.

**Критерії оцінювання**

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПЗ	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
4			10	20	20	15	10	15	10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПЗ – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні

**Рекомендована література**

1. Іваненко І.М, Донцова Т.А., Феденко Ю.М. Адсорбція, адсорбенти і каталізатори на їх основі. КПІ ім. Ігоря Сікорського – Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. – 232 с.

<https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/29419/1/Adsorbsia-adsorbenty-i-katalizatory-na-yikh-osnovi.pdf>

2. Кичкирук О.Ю. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз. Курс лекцій для студентів природничих факультетів. – Житомир: Вид-во ЖДУ імені Івана Франка, 2018. – 156 с.

3. [https://www.slideshare.net/anna\\_chem/01-59988404](https://www.slideshare.net/anna_chem/01-59988404)

4. <https://simvolt.ua/priladi-dlya-vimiruvannya-kislotnosti-gruntu/>

5. Рубцов В. І. Потенціометричні методи дослідження розчинів : навчальний посібник – Х. : ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2016. – 252 с.

### **Теоретичні відомості**

Активне вугілля, в залежності від сфер застосування, поділяється на три групи: - освітлююче активне вугілля, що призначене для знебарвлення розчинів, тобто для адсорбції забарвлюючих домішок із крупними молекулами або частинками колоїдного ступеня дисперсності; 164 - вугілля газового типу, що використовується для адсорбції газів, парів (за малих концентрацій) та розчинених речовин, молекули яких за розмірами близькі до молекул пароподібних речовин; - рекупераційне активне вугілля, що застосовується для уловлювання та повернення до виробництва парів летких розчинників (за високих концентрацій). До першої групи належить активне вугілля марок А, Б, АГС-4, ОС, МД та ін. Вугілля деревне освітлююче марок А та Б виготовляється із деревного вугілля-сирцю методом активації із наступним подрібненням у порошок; використовується для освітлення харчових, фармацевтичних та інших продуктів. Вугілля активне гранульоване марки АГС-4 застосовується для знебарвлення цукрових сиропів у цукрово-рафінадних виробництвах. Вугілля активне мелене деревне марки МД призначене для освітлення забруднених та забарвлених розчинів, а також для видалення різноманітних речовин із розчинів та паро- (газо-) повітряних сумішей. Вугілля освітлююче активне марки ОС використовується для очищення рідин від високомолекулярних смолистих та забарвлюючих речовин. Активне вугілля газового типу призначене для тонкого очищення та розділення газів, адсорбції розчинених речовин із малою площею молекули за відносно невеликих концентрацій, для видалення неприємного запаху з води, як каталізатор і основа каталізатора тощо. Сорбційна активність за йодом (йодний індекс, йодне число, адсорбція йоду) – кількість йоду в мг, яка може бути адсорбована 1 г порошкоподібного активного вугілля з розбавленого водного розчину, – один із найважливіших параметрів вугілля цього типу. Широко вживані марки вугілля газового типу такі, як СКТ, ДАК, КАД та інші. Вугілля активне марки СКТ використовується для уловлювання пари органічних розчинників, для очищення води та водних розчинів від різних домішок. Активне вугілля марки ДАК пристосоване для видалення масла із парового конденсату на ТЕЦ, для адсорбції емульсій типу «масло у воді», для видалення різноманітних речовин із розчинів. Активне вугілля КАД застосовується у промисловості для видалення йоду з мінералізованих бурових вод, поглинання різних речовин із розчинів та паро- (газо-) повітряних сумішей. КАД мелене використовується в кольоровій металургії при флотації руд корисних копалин. І для освітлюючого, і для газового активного вугілля адсорбційна активність за індикаторами – метиловим оранжевим і метиленовим

блакитним є важливим фізико-хімічним показником, до якого ставляться жорсткі вимоги.

### **Інструкція до виконання:**

#### **Експериментальна частина**

**Прилади, посуд, реактиви.** Фарфорова ступка, електрична плитка, іонімір, активоване вугілля, конічні колби, 6 шт, 0,05 М розчини HCl, NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> і NaHCO<sub>3</sub>, фільтрувальний папір, фотоелектроколориметр, кювети с товщиною поглинаючого шару 10 мм, центрифуга, бюретки для титрування ємністю 25 мл, 2 шт, мірна колба місткістю 100 мл, 11 шт, конічна колба місткістю 100 мл, 5 шт, піпетки ємністю 1 та 10 мл, розчини метилового оранжевого 150 мг/л та метиленового блакитного 0,15 %, рзчин йоду 0,1 М та натрій тіосульфату 0,1 М, індикатор крохмаль.

#### **Дослід 1. Визначення рН поверхні вугілля (вугільної суспензії)**

У фарфоровій ступці розтирають у порошок невелику кількість вихідного активованого вугілля. На аналітичних вагах і у конічній колбі на 250 мл зважують 0,2 г отриманого порошку і заливають 100 мл дистильованої води, щільно закривають і струшують протягом 0,5 годин. Потім кип'ятять 5 хвилин, швидко охолоджують проточною водою і фільтрують через знезолений фільтр, відкидаючи перші порції фільтрату. рН водної витяжки вимірюють рН-метром при безперервному перемішуванні, а дані оформляють у робочому зошиті.

---

---

---

#### **Дослід 2. Функціональний склад поверхні активованого вугілля**

1. На аналітичних вагах у пронумеровані конічні колби об'ємом 100 мл беруть чотири наважки (~0,25 г) активованого вугілля. У кожену колбу доливають по 50 мл 0,05 М HCl, NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> і NaHCO<sub>3</sub>, щільно закривають і струшують протягом 0,5 годин.

2. Потім фільтрують, відкидаючи перші порції фільтрату, і відбирають по 5 мл фільтрату у колби для титрування. Визначають рівноважні концентрації розчинів та уточнюють їх вихідні концентрації.

3. Для титрування хлоридної кислоти використовують 0,05 М розчин NaOH та індикатор фенолфталеїн. Натрій гідроксид, натрій карбонат і натрій гідрокарбонат титрують 0,05 М HCl у присутності метилового червоного.

4. Користуючись формулою закону еквівалентів розраховують кількість кислотних (Скисл, моль/г), карбоксильних (Скарб, моль/г), фенольних (Сфен, моль/г) та лужних (Сосн, моль/г) функціональних груп на поверхні досліджуваного активованого вугілля. Для цього припускають, що натрій карбонат нейтралізує найбільш сильні кислотні центри, гідрокарбонат – найбільш сильні кислотні та слабкокислотні карбоксильні групи, луг – ще і фенольні, тоді як кислота може взаємодіяти лише з поверхневими групами оснóвного типу. Усі дані заносять до таблиці.

V проби, мл	Об'єм титранта, що витрачено на титрування, мл				Кількість функціональних груп, моль/г				Маса сорбенту, г
	HCl	NaOH	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	C <sub>кисл</sub>	C <sub>карб</sub>	C <sub>фен</sub>	C <sub>осн</sub>	
5									0,25 г
5									
5									
V сертитранта мл									

### Дослід 3. Адсорбційна активність за метиловим оранжевим

*Побудова калібрувального графіка.* Для побудови калібрувального графіка готують розчини порівняння. Для цього у 5 мірних колб місткістю 100 мл вводять 1,0; 3,0; 5,0; 6,0; 8,0; мл робочого розчину метилового оранжевого з концентрацією 150 мг/мл, після чого об'єми доводять водою до мітки. Отримані розчини містять в 1 мл 1,50; 4,50; 7,50; 9,00; 12,00 мг/мл метилового оранжевого відповідно. Оптичну густину приготовлених розчинів вимірюють на фотоелектроколориметрі, використовуючи світлофільтр із довжиною хвилі ( $\lambda$ ) від 390 до 410 нм у кюветах із товщиною поглинаючого шару 10 мм. Як контрольний розчин використовують дистильовану воду. За отриманими даними будують калібрувальний графік – залежність оптичної густини (D) від початкової концентрації розчину порівняння (C<sub>0</sub>, мг/мл).

C <sub>метилоранж</sub> , мг/мл	1,50	4,50	7,50	9,00	12,00
D					

*Проведення аналізу.* Перед початком визначення вугілля висушують у сушильній шафі за температури 100–110 °С протягом 1 години. На аналітичних вагах у три конічні колби на 100 мл зважують ~0,1 г активованого вугілля. Доливають 25 мл розчину метилового оранжевого з концентрацією 150 мг/мл, закривають і перемішують протягом 30 хвилин. Потім вугільну суспензію переносять у пробірки для центрифугування та центрифугують протягом 15 хвилин. Відбирають у мірну колбу (на 100 мл) 1 мл розчину, доводять об'єм до мітки дистильованою водою і вимірюють оптичну густину. За отриманим значенням оптичної густини, користуючись калібрувальним графіком, знаходять залишкову концентрацію метилового оранжевого у розбавленому розчині. Адсорбційну активність вугілля за індикатором (X, мг/г) розраховують за формулою:

$X = V (C_0 - C_p) / m$ , де V – об'єм розчину індикатора, що взятий на освітлення, мл ; m – маса наважки активного вугілля, 0,25 г; C<sub>0</sub> – початкова концентрація метилового оранжевого, 150 мг/мл ; C<sub>p</sub> – залишкова концентрація метилового оранжевого у розбавленому розчині, мг/мл. Проводять 2–3 паралельних визначення, розбіжність між якими не повинна перевищувати 5 %.

№	Оптична густина, D	Залишкова концентрація $C_p$ , мг/мл	X, мг/г
1			
2			
3			
Середнє			

**Дослід 4. Адсорбційна активність за йодом.** Перед початком визначення вугілля висушують у сушильній шафі за температури 100–110°C протягом 1 години. На технічних вагах у три конічній колбі об'ємом 100 мл зважують 1,0 г активного вугілля. Доливають 100 мл 0,1 н розчину йоду, закривають і струшують 30 хвилин. Потім піпеткою відбирають 10 мл освітленого розчину і титрують 0,1 н розчином натрій тіосульфату в присутності індикатора крохмалю, який доливають наприкінці титрування. Паралельно проводять титрування і уточнюють концентрацію вихідного розчину йоду.

№	$V_0$ , мл	$V_p$ , мл	F, %
1			
2			
3			
Середнє			

Адсорбційну активність за йодом (F, %) розраховують за формулою:

$F = (V_0 - V_p) / m \cdot 10 \cdot 100\%$  де  $V_0$  – об'єм розчину тіосульфату натрію, що пішов на титрування вихідного розчину йоду, мл;  $V_p$  – об'єм розчину тіосульфату натрію, що пішов на титрування розчину йоду після освітлення досліджуваним активованим вугіллям, мл;  $m$  – маса наважки активованого вугілля, г; Проводять 2–3 паралельних визначення, розбіжність між якими не повинна перевищувати 5 %.

**Дослід 5. Освітлююча здатність за метиленовим блакитним.** Перед початком визначення вугілля висушують у сушильній шафі за температури 100–110°C протягом 1 години. На технічних вагах у конічній колбі на 100 мл зважують 1,0 г активного вугілля, доливають 10 мл 0,15 % розчину метиленового блакитного, щільно закривають і збовтують протягом 10 хвилин. Після знебарвлення продовжують додавати розчин метиленового блакитного по 1 мл до синього забарвлення розчину, що не зникає протягом 5 хвилин. Якщо перші 10 мл барвника не знебарвлюються протягом 10 хвилин, дослід повторюють, починаючи з меншої кількості метиленового блакитного. Освітлюючу здатність активованого вугілля (E, %) виражають у відсотках до умовно прийнятої величини – освітлюючої здатності сорбенту, 1 г якого знебарвлює 20 мл 0,15 %-го водного розчину метиленового блакитного (умовно прийнята за 100 %):

$E = 5n$ , де  $n$  – об'єм розчину метиленового блакитного, який знебарвлює 1 г активного вугілля, мл; 5 – коефіцієнт розбавлення. Проводять 2–3 паралельних визначення, розбіжність між якими не повинна перевищувати 5 %.

**Лабораторне заняття № 5 (4 год)**  
**Модифікування поверхні силікагелю органічними реагентами**

*Мета заняття.* Провести модифікування поверхні силікагелю органічними реагентами

*План заняття*

1. Перевірка індивідуальних завдань та оцінювання
2. Приготування розчинів
3. Оформити результати досліджень у робочий журнал

***Індивідуальні завдання***

1. З якою метою використовують різноманітні прийоми модифікації поверхні сорбентів?
2. Чим обумовлено інтерес щодо використання модифікованих високодисперсних кремнеземів у практиці тест-методів аналізу?
3. Наведіть структурну формулу 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолу. Опишіть його фізичні і хімічні властивості.
4. У чому складаються особливості закріплення 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолу на поверхні силікагелю? Вкажіть при яких саме умовах відбувається модифікування поверхні сорбенту.
5. Які іони здатні утворювати комплексні сполуки з 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом у розчині складу 1:2 при  $pH \leq 4$ . Наведіть ймовірні хімічні реакції.
6. Які іони здатні утворювати комплексні сполуки з 4-(2-пиридилазо)резорцином? Вкажіть умови взаємодії. Наведіть ймовірні хімічні реакції.
7. Наведіть структурну формулу 4-(2-пиридилазо)резорцину. Опишіть його фізичні і хімічні властивості.
8. Теорія методу кольорометрії. Її використання в тест-методах аналізу речовин.

**Критерії оцінювання**

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПЗ	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
5			10	20	20	15	10	15	10			100

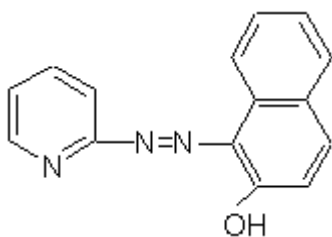
ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПЗ – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні

### Рекомендована література.

1. Циганок Л.П., Бубель Т.О., Вишнікін А.Б. та ін. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навчальний посібник - Дніпропетровськ: ДНУ ім. О.Гончара, 2014.- 252 с.
2. Пилипенко А.Т. Органічні реактиви в неорганічному аналізі. – К.: Вища школа, 1972. – 216 с.

### Теоретичні відомості

Велике значення в аналітичній практиці мають методи концентрування і розділення іонів металів. Серед твердих матриць найбільший інтерес викликають модифіковані високодисперсні кремнеземи, що обумовлено їх специфічними властивостями: високої швидкістю встановлення гетерогенної рівноваги, термодинамічною і хімічною стійкістю, селективністю вилучення іонів металів завдяки присутності комплексоутворюючих груп. Використання таких сорбентів дозволяє поєднувати операції концентрування і розділення досліджуваних речовин з їх наступним детектуванням безпосередньо у фазі сорбенту високочутливими спектроскопічними методами. Це дає можливість на кілька порядків знизити границю визначення досліджуваних компонентів, підвищити експресність і відкриває можливість для розробки візуально-кольорометричних тестів. У даній роботі, як приклад, розглянутий варіант



модифікації силікагелю ( $\text{SiO}_2$ ) 1-(2-піридилазо)-2-нафтолом (ПАН). З метою закріплення ПАН на поверхні силікагелю (СГ), використовується суміш розчинників – етиловий спирт та дистильована вода в співвідношенні 1:4. Рівновага в системі встановлюється на протязі 4 годин. Отриманий у такий спосіб сорбент зберігає свої

аналітичні властивості тривалий час. Розташування й орієнтація молекул реагенту на поверхні силікагелю дозволяє утворювати комплекси з іонами металів складу 1:2. При  $\text{pH} \leq 4$  комплекси такого складу з ПАН у розчині утворюють  $\text{Ni(II)}$ ,  $\text{Co(II, III)}$ ,  $\text{Cu(II)}$ .

### Інструкція до виконання:

#### Експериментальна частина

**Реактиви та матеріали:** дистильована вода; спиртовий розчин ПАН, 0,1% (у мірну колбу об'ємом 50 мл вносять 0,05 г ПАН і доводять до мітки 96% розчином спирту); суміш етилового спирту і дистильованої води в співвідношенні 1:4; силікагель; мірна колба об'ємом 100 мл; конічна колба об'ємом 100 мл; паперовий фільтр; скляна лійка.

У конічну колбу вносять 50 мл 0,1% розчину ПАН, додають 5 г сорбенту, а потім 5 мл водно-спиртової суміші. Герметично закривають отриману суміш і періодично струшують протягом 60 хв. У процесі модифікації силікагель забарвлюється в жовтогарячий колір. Модифікований сорбент переносять на паперовий фільтр і висушують на повітрі  $\approx 24$  години або при  $60^\circ\text{C}$  протягом 1,5 год. Висушений сорбент зважують і розраховують вихід (у %). Зберігають у темних банках із притертою кришкою.



**Лабораторне заняття № 6 (4 год)**  
**Розділення суміші  $Ag^+$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ - іонів методом осадової хроматографії**

**Мета заняття.** Засвоїти техніку розділення та виявлення катіонів методом колонкової осадової хроматографії

**План заняття.**

1. Підготовка хроматографічної колонки
2. Приготування розчинів
3. Розділення катіонів
4. Виявлення катіонів
5. Оформлення результатів досліду

**Контрольні питання**

1. Класифікація хроматографічних методів за агрегатним станом рухомої (і нерухомої) фази.
2. Класифікація хроматографічних методів за домінуючим механізмом процесу розділення.
3. Класифікація хроматографічних методів за методикою виконання розділення.
4. Класифікацію хроматографічних методів за метою проведення розділення (хроматографування).
5. В чому суть хроматографічного розділення за методом осадової хроматографії?
6. Розрахувати розчинність  $Ag_2O$ ,  $Cu(OH)_2$  та  $HgO$  за значеннями ДР.
7. Опишіть методику розділення і виявлення  $Ag^+$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ -іонів методом осадової хроматографії.
8. З яких конструктивних елементів складається хроматографічна система?
9. Що таке хроматографічна колонка? Що таке хроматограма?

**Критерії оцінювання**

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПЗ	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
6		10	10	20	20	15	15		10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПЗ – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні

**Рекомендована література та інтернет-джерела**

1. Мінаєва В.О. Методи концентрування неорганічних речовин. Навч-мет. посібник. – Черкаси: Вид. від. ЧНУ імені Богдана Хмельницького. - 2014. – 313 с.

2. Антал І.П., Базель Я.Р., Кормош Ж.О. Методи розділення та концентрування речовин в аналізі. - Луцьк: Східноєвропейський нац.ун-т ім. Лесі Українки. - 2015. - 300 с.

3. Розділення компонентів чорнил (висхідна хроматографія)

<https://www.youtube.com/watch?v=N9ZgYZ094Jk>

4. Іонообмінна хроматографія

<https://www.youtube.com/watch?v=o3oBO-VGCH4>

### ***Теоретичні відомості***

Хроматографічний метод аналізу є найбільш універсальним серед методів розділення та визначення сумішей. Його широко використовують в хімічному аналізі та на виробництві. Хроматографію як метод розділення компонентів сумішей запропонував російський вчений-ботанік Михайло Семенович Цвет, який 1906 року описав цей метод і дав йому теоретичне обґрунтування. М.С.Цвет розділив компоненти хлорофілу на колонці, яка була заповнена кальцій карбонатом. Такий метод в подальшому назвали хроматографією (хромос - це колір). Особливістю сучасних хроматографічних методів є багаторазове повторення актів сорбції-десорбції речовини, що досягається за рахунок великої поверхні розподілу фаз.

За механізмом розділення хроматографічні методи поділяють на:

- абсорбційну хроматографію, яка ґрунтується на розділенні речовин, які мають різну сорбційну здатність до твердих носіїв;

- розподільну хроматографію, яка ґрунтується на різниці в розчинності речовин в нерухомій фазі (газова хроматографія) або в рухомій та нерухомій фазах (рідинна хроматографія);

- іонообмінна хроматографія основана на різній здатності речовин до іонного обміну на іонообмінних матеріалах;

- осадова хроматографія ґрунтується на утворенні осадів з сорбентом з різною розчинністю;

- інші.

За технікою, яку застосовують у хроматографії розрізняють:

- колоночну хроматографію, для розділення використовують спеціальні хроматографічні колонки;

- площинну, розподіл проводять на пластинах: паперу (паперова хроматографія) або в тонкому шарі сорбенту на твердому носії (тонкошарова хроматографія).

### **Інструкція до виконання:**

**Реактиви та обладнання:** хроматографічна скляна колонка (8–10x0,5 см); алюміній оксид; піпетка; пробірка; аргентум нітрат, 0,1 М розчин; купрум(II) сульфат, 0,1 М розчин; меркурій(II) нітрат, 0,1 М розчин; натрій гідроксид, 1М розчин.

#### **Експериментальна частина**

Алюміній оксид поміщують в колонку на 1/2 її об'єму. Колонку промивають розчином лугу (піпеткою краплями вносять 1 мл 1М розчину NaOH). У пробірці в рівних об'ємах змішують розчини солей аргентум(I) нітрату, купрум(II) сульфату, меркурій(II) нітрату. В колонку піпеткою вносять

приготовлену суміш катіонів. Розділення іонів проводиться у вигляді гідроксидів та оксидів. Яскраво забарвлені осадки аргентум(I) оксиду (коричневого кольору), купрум(II) гідроксиду (блакитного кольору) та меркурій(II) оксиду (жовтого кольору) утворюють різнокольорові зони.

Розділення речовин відбувається за рахунок різної розчинності осадів  $\text{Ag}_2\text{O}$ ,  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  та  $\text{HgO}$ . У верхній частині колонки осаджується меркурій(II) оксид, тому що він менш розчинний ( $D(\text{HgO}) = 3,0 \cdot 10^{-26}$ ), нижче – купрум(II) гідроксид ( $D(\text{Cu}(\text{OH})_2) = 2,2 \cdot 10^{-20}$ ), а в нижній – аргентум(I) оксид ( $D(\text{Ag}_2\text{O}) = 1,6 \cdot 10^{-8}$ ).

Як тільки рівень розчину знизиться до рівня алюміній оксиду, в колонку додають 1 мл дистильованої води для кращого розділення зон. Після того, як елюент (вода) досягне кінця нерухомої фази (інертного носія алюміній оксиду), спостерігають утворення забарвлених зон. Отриману хроматограму спостерігають також на наступний день, тому що багато хроматограм змінюються з часом.

Зробіть висновок.

---

---

---

### **Лабораторне заняття № 7 (4 год)** **Тонкошарова хроматографія**

*Мета заняття.* Ознайомлення з прийомами проведення тонкошарової хроматографії на прикладі розділення суміші амінокислот

*План заняття*

Засвоїти методику визначення якісного складу суміші речовин за допомогою паперової хроматографії.

2. Провести розділення суміші амінокислот хроматографією на папері.

3. Розрахувати  $R_f$  кожної плями і визначити склад контрольної суміші амінокислот.

**Контрольні питання**

1. Які речовини використовують у якості розчинників для розділення суміші амінокислот?

2. Підготовка хроматографічної камери до аналізу.

3. В чому полягають недоліки та переваги даного методу перед іншими при визначенні амінокислот?

4. Що таке величина  $R_f$ , і за якою формулою проводять її обчислення?

5. Яким засобом отримують та обчислюють значення  $R_{st}$ ?

6. Що таке тонкошарова хроматографія. Які способи її проведення існують.

## Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПЗ	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
7		15	10	20	20	15	10		10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПЗ – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні

### *Література та інтернет-джерела*

1. Сорочан О.О., Штеменко Н.І. Методи аналізу амінокислот: Навч.-метод. посіб. – Д.: РВВ ДНУ, 2005. – 60 с.

<https://www.biochemistry-dnu.dp.ua/wp-content/downloads/metodichki/dyomshina-aminoacid-analys-metod2005.pdf>

2. Методичні вказівки до вивчення курсу “Хроматографічні методи розділення органічних сполук” для студентів спеціальності “Хімічна технологія органічних речовин”. Укладачі: О.Г.Юрченко, В.М.Родіонов. - К.: ІВЦ “Видавництво «Політехніка»”, 2008. - 130 с

3. Лекція [https://www.youtube.com/watch?v=5bzcR8PVQ\\_o](https://www.youtube.com/watch?v=5bzcR8PVQ_o)

4. Тонкошарова хроматографія

<https://www.youtube.com/watch?v=oGj0gWDkbOU>

### **Теоретичні відомості**

Вперше тонкошарову хроматографію реалізували у 1944 році англійські вчені-хіміки Констон, Гордон, Мартін і Сінг для розділення амінокислот. Целюлозне волокно (паперова смужка) було нерухомою фазою, рухомою – органічний розчинник, який пересувається по капілярах паперу. Спочатку такий вид хроматографії назвали паперовою. Пізніше це поняття трансформувалось у тонкошарову хроматографію, до сорбентів якої віднесли і папір (целюлозу).

Тонкошарова хроматографія: тонкий шар сорбенту (НФ) наносять на скляну пластину, товщина шару сорбенту складає 0,22 мм (1938 рік, Шрайбер, Ізмайлов). Розділення речовин характеризують величиною  $R_f$  :  $R_f = l_1/l_2$ , де  $l_1$  – відстань, на яку переміщується розчинена речовина,  $l_2$  – відстань, на яку пересувається розчинник. На величину  $R_f$  впливають природа РФ, температура, час одержання хроматограми. Величина  $R_f$  пов'язана з коефіцієнтом утримання  $R_s$  :  $R_s = 1,5 R_f$ . Таким чином,  $R_f$  є якісною характеристикою речовин, які розділяють.

Паперова хроматографія: сорбент – целюлоза, це середовище, яке і розділяє, і сорбує, використовується для розділення сильно полярних речовин. Роль нерухомої фази може виконувати розчинник або конкурент за місце в абсорбційному шарі. Елююча сила розчинника - це його здатність до взаємодії з адсорбентом. Як правило її встановлюють експериментально.

Для одержання і проявлення хроматограм хроматографічну пластинку з нанесеними плямами розчину суміші компонентів на лінії старту розміщують в камері, насиченій паром розчинника. Компоненти суміші пересуваються і утворюють плями на різній відстані від лінії старту. Якщо плями забарвлені, хроматограму не треба проявляти. Хроматограми з безбарвними плямами проявляють різними засобами: обробка реагентами, парами йоду, УФ опромінюванням, сприскуванням  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та нагріванням до  $100^\circ$ , обробка індикаторами, які флуоресціюють.

### **Інструкція до виконання:**

#### **Експериментальна частина**

**Реактиви:**  $\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_4$ , нінгідрин, розчин в ацетоні оцтовокислому або розчин нінгідрину в ацетоні 0,5%;  $\text{CuSO}_4$ , купрум сульфат, спиртовий розчин, 0,005%;  $\text{NiSO}_4$ , нікол сульфат, водний розчин, 1,0%; стандартні розчини амінокислот; розчинник для хроматографії (н-бутанол та крижана оцтова кислота). Системи розчинників: а) н-бутанол-оцтова кислота-вода (4:1:5); б) ацетон-вода (3:2); в) н-бутанол-бензиловий спирт (1:1),.

**Обладнання:** хроматографічні пластини, мікропіпетка, стакан (300 мл), годинникове скло або чашка Петрі, олівець, лінійка, пульверизатор (100 мл), сушильна шафа.

#### *Приготування реактивів*

##### **1. 0,5%-й розчин нінгідрину в ацетоні оцтовокислому.**

Зважте 0,5 г нінгідрину, кількісно перенесіть у мірну колбу на 100 мл, додайте 10 мл ацетону. Додайте 4 мл дистильованої води та 1 мл льодяної оцтової кислоти, перемішайте, доведіть до мітки ацетоном.

##### **2. $\text{CuSO}_4$ , купрум сульфат, спиртовий розчин, 0,005%.**

Зважте 0,005 г  $\text{CuSO}_4 \times 3\text{H}_2\text{O}$  на аналітичних вагах у хімічному стакані (бюксі). Додайте 21 мл дистильованої води. Кількісно перенесіть розчин у мірну колбу на 100 мл. Доведіть до мітки 96%-м етанолом;

##### **3. 1,0%-й водний розчин нікель сульфату.**

Зважте 1 г  $\text{NiSO}_4$ , перенесіть у мірну колбу на 100 мл та доведіть до мітки дистильованою водою.

##### **4. Стандарти розчини амінокислот (свідків).**

Зважте та кількісно перенесіть у мірну колбу на 100 мл 0,1 г амінокислоти (або суміші амінокислот) та доведіть до мітки 0,1 н. розчином хлоридної кислоти або 10%-розчином етанолу.

##### **5. Приготування 1 л 0,1 н. розчину хлоридної кислоти.**

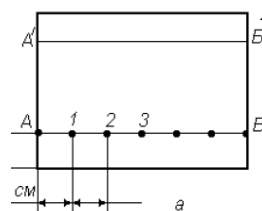
У мірну колбу на 1 л додайте 100 мл дистилату, відміряйте 9,6 мл 38 %  $\text{HCl}$  та кількісно перенесіть у мірну колбу. Доведіть об'єм до мітки дистильованою водою.

##### **6. Розчинник для хроматографії.**

**Готувати під витяжкою!** У хімічний стакан на 50 мл додайте 33 мл н-бутанолу, 8 мл крижаної оцтової кислоти та 8 мл дистильованої води. Перемішайте за допомогою скляної палички.

**Увага:** використовувати лише свіжоприготовлений!

1. За допомогою лінійки провести на відстані 1 см від нижнього краю горизонтальну пряму АБ (лінія старту). Намалювати кільця діаметром 3 мм на відстані 1 см одне від одного та проставити над ними порядкові номери. Від лінії старту на відстані 10 см провести пряму А'Б' (лінія фінішу).



2. Мікропіпеткою нанесіть на лінію по 3 мкл проб та свідків (так, щоб діаметр нанесеної плями становив не більше ніж 3 мм) на відстані 1 см один від одного. Крапля, яку наносять, не повинна поширюватися за межі намальованого кільця. Розчин на кожне кільце нанести 5-6 разів після висихання попередньої краплі.

3. У хімічний стакан на 1 л налейте 35 мл розчинника (з розрахунку на утворення шару рідини висотою не більше 0,5 см – *хроматографічна камера*).

Підготовка хроматографічної камери Зазвичай проводять висхідну тонкошарову хроматографію, використовуючи скляні хроматографічні камери із кришками, які забезпечують герметичність. Розчинник наливають на дно камери та поміщують у нього нижній край хроматографічної пластинки. При використанні тонкошарової хроматографії враховують особливість, яка не спостерігається при колоночній хроматографії, — випарювання розчинника із верхнього шару, у разі якого збільшується час міграції даної речовини. Із розчинника складного вмісту, в першу чергу випарюються найбільш леткі компоненти, що призводить до зміни вихідного співвідношення компонентів суміші. Інтенсивність випаровування знижується в напрямку від країв до центру платівки, тому виникає викривлення фронту розчинника, та в результаті величина  $R_f$  на краях хроматограми буде більше, ніж в центрі.

4. Розмістіть хроматографічну пластинку в хроматографічній камері вертикально, застосовуючи підпірки.

5. Накрийте камеру часовим склом або чашкою Петрі. Зачекайте 30 хв. Випаровування розчинника при тонкошаровій хроматографії погіршує визначення величини  $R_f$ . Для того щоб вирішити цю проблему, слід постійно підтримувати у камері атмосферу насичених парів. Це досягається вистиланням стінок камери фільтровальним папером, який змочений розчинником, або зменшенням до мінімуму об'єма хроматографічної камери (сендвіч-камера).

6. Нагрійте в сушильній шафі протягом години за температури 80 °С .

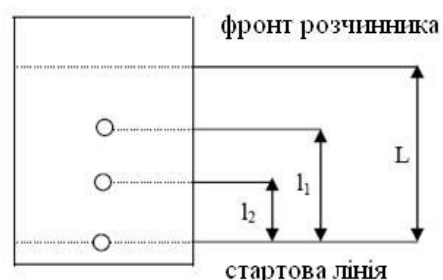
7. Вийміть хроматографічну пластинку і перемістіть її до витяжної шафи. Коли розчинник повністю випариться, хроматограму проявити.

8. Як проявник для  $\alpha$ -амінокислот використовувати розчин нінгідрину ( $\omega(\text{нінгідрину})=0,5\%$ ) в ацетоні. Під витяжною шафою цим розчином обприснути хроматограму декілька разів з пульверизатора так, щоб папір став тільки слабо вологим та на ньому не утворювались би розмиті струмені розчину.

9. Потім висушити папір або пластинку на повітрі та перенесіть у сушильну шафу та висушіть пробу за температури 90°C протягом 6 хв до появи лілових плям. Значно краще висушити хроматограму поступово в темряві.

10. Плями, що проявилися, легко обвести олівцем, позначити центр плями олівцем та при бажанні закріпити розчином нікелю сульфату, після чого ще раз просушити хроматограму на повітрі.

11. Якісний склад контрольної суміші амінокислот визначити за значенням  $R_f$  кожної плями, порівнюючи з  $R_f$ , що обчислені за хроматограмою для “свідків”. Значення  $R_f$  амінокислот цієї системи: гліцин 0,13; аланін 0,18; валін 0,36; фенілаланін 0,46.



У цьому варіанті задачу можливо виконати і для інших амінокислот, а також для простіших вуглеводів. При хроматографуванні вуглеводів їх проявляють амонічним розчином аргентум нітрату (чорна пляма).

Для оцінки хроматографічної поведінки речовини в певних умовах використовують величину  $R_f$  – коефіцієнт утримання, яка дорівнює відношенню відстані  $L_2$ , пройденої речовиною, до відстані  $L_1$ , пройденої розчинником:  $R_f = L_2/L_1$ .  $R_f$  можуть мати значення від 0 до 1. При  $R_f=0$  компонент суміші залишається на лінії старту, а при  $R_f=1$  – рухається разом з фронтом розчинника. Значення  $R_f$  залежить від розподілу речовини, складу рухомої фази, типу паперу, температури, часу хроматографування, техніки експерименту. Зробити висновки

---

### Завдання для модульної контрольної роботи

#### Теоретичні питання.

1. Хто і коли запропонував хроматографічний аналіз?
2. У чому полягає суть хроматографічного аналізу?
3. В якому агрегатному стані можуть перебувати нерухома й рухома фази, а також компоненти суміші, що аналізується?
4. За якими принципами класифікують хроматографічні методи?
5. Які різновиди хроматографічного аналізу належать до молекулярної хроматографії?
6. Які різновиди хроматографічного аналізу об'єднує іонообмінна хроматографія?
7. Назвіть основні етапи хроматографічного аналізу.
8. Які задачі вирішуються за допомогою хроматографічних методів?
9. Методи синтезу активованого вугілля.
10. Сировина для отримання активованого вугілля.
11. Способи модифікування активованого вугілля.
12. Способи одержання кремнеземних адсорбентів. Основні функціональні групи поверхні кремнеземів.
13. Класифікація методів розділення та концентрування.
15. Екстракція: основні поняття та терміни.
16. Поняття про сорбцію: основні поняття та терміни. Механізми здійснення

хімічної та фізичної адсорбції

## 17. Класифікація мінеральних сорбентів та їх характеристики

*Підготувати повідомлення на одну з тем*

1. Застосування сорбційних процесів у водо підготовці
2. Сорбційні процеси, що використовують при аналізі і виготовленні медичних препаратів.
3. Моніторинг довкілля із використанням сорбентів різної природи.
4. Роль адсорбції в хімічному аналізі.
5. Адсорбційні матеріали в біологічних процесах.
6. Природні сорбенти в аналізі природних вод.
7. Технологічні процеси у водоочистці із застосуванням мінеральних сорбентів.
8. Твердофазна екстракція із застосуванням кремнеземних сорбентів.
9. Йонообмінна хроматографія для процесів очистки природних вод
10. Мінеральні та синтетичні іонообмінні матеріали. Їхні характеристики та класифікація. Приклади застосування.
11. Особливості сорбційного очищення вод від радіонуклідів та важких металів.
12. Способи модифікування поверхні мінеральних сорбентів. Механізми та особливості процесів.

*Тестові завдання*

### 1. Сорбат це

- речовина, яка не затримується сорбентом
- суміш речовин, які затримуються сорбентом
- тверда речовина, розчин або суміш, які поглинають або затримують

розчинені речовини та використовуються в хроматографії в якості нерухомої фази

- речовина яка затримується сорбентом

### 2. Сорбент це

• тверда речовина або розчин, які поглинають або затримують гази, пари, розчинені речовини та використовуються в хроматографії в якості нерухомої фази

• тверда речовина або розчин, які поглинають але не затримують гази, пари, розчинені речовини та використовуються в хроматографії в якості нерухомої фази

• тверда речовина, рідина або їх суміш, які поглинають або затримують гази, пари, розчинені речовини та використовуються в хроматографії в якості рухомої фази

• тверда речовина, рідина або їх суміш, які не поглинають або не затримують гази, пари, розчинені речовини та використовуються в хроматографії в якості нерухомої фази

### 3. Елюент це

- суміш речовин, що затримуються сорбентом
- суміш, що використовується в якості нерухомої фази
- речовина яка затримується сорбентом



- рідина, газ або парогазова суміш, які використовуються в якості рухомої фази

#### 4. Елюат це

- потік рухомої фази з компонентами що виходить з хроматографічної системи

- суміш, що використовується в якості рухомої фази

- потік рідини, газу або парогазової суміші, що пересуває компоненти суміші що розподіляється, вздовж нерухомої фази

- потік рухомої фази без компонентів що виходить з хроматографічної системи

#### 5. Сорбція це

- процес при якому поглинаються гази, пари, чи розчинені речовини твердими або рідкими поглиначами

- процес при якому виділяються поглинуті гази, пари, чи розчинені речовини твердими або рідкими поглиначами

- процес при якому не виділяються поглинуті гази, пари, чи розчинені речовини твердими або рідкими поглиначами

- процес при якому гази, пари розчиняються в твердих або рідких поглиначих

#### 6. Що можна визначати методом хроматографії на папері?

- натрій хлорид у воді

- нітрати у ґрунті

- амінокислотний склад білків

- карбон диоксид у повітрі

#### 7. Вкажіть механізм розділення компонентів в паперовій хроматографії.

- адсорбційний

- іонообмінний

- розподільчий

- осадовий

#### 8. Яка реакція протікає на катіоніті?

- $RAn + NaOH \leftrightarrow ROH + NaAn$

- $RKt + NaI \leftrightarrow RNa + KtI$

- $RAnH + NaCl \leftrightarrow RAnNa + HCl$

- $ROH + NaBr \leftrightarrow RBr + NaOH$

#### 9. Яка реакція протікає на аніоніті?

- $RAn + NaCl \leftrightarrow RCl + NaAn$

- $RAnH + NaCl \leftrightarrow RAnNa + HCl$

- $RKt + NaCl \leftrightarrow RNa + KtCl$

- $RAnH + NaCl \leftrightarrow RHCl + NaAn$

## *Список рекомендованої літератури*

### *Основна:*

1. Сабадаш В.В. Теоретичні основи сорбційних процесів на природних та синтетичних сорбентах. – Львів. - 2019. – 472 с.
2. Адсорбція, адсорбенти і каталізатори на їх основі [Електронний ресурс] І.М. Іваненко, Т.А. Донцова, Ю.М. Феденко; КПІ ім. Ігоря Сікорського. – Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. – 232 с.
3. Жданюк Н.В. Розробка сорбентів на основі модифікованих глин для захисту вод від неорганічних токсикантів. – Рукопис. - Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», Київ. Національний авіаційний університет, Київ, 2019.
4. Антал І.П., Базель Я.Р., Кормош Ж.О. Методи розділення та концентрування речовин в аналізі. - Луцьк: Східноєвропейський нац.ун-т ім. Лесі Українки. - 2015. - 300 с.
5. Яцимирський В.К., Павленко В.О., Савченко І.О. та ін.. Хімія. Підручник. – К.: Ірпінь: Перун. - 2010 - 432 с.
6. Мінаєва В.О. Методи концентрування неорганічних речовин. Навч-мет. посібник. – Черкаси: Вид. від. ЧНУ імені Богдана Хмельницького. - 2014. – 313 с.
7. Циганок Л.П., Бубель Т.О., Вишнікін А.Б., Вашкевич О.Ю. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навчальний посібник - Дніпропетровськ: ДНУ ім. О.Гончара. - 2014.- 252 с.
8. Чеботарьов О. М. Сорбційно-спектроскопічні та тест-методи в хімічному аналізі: методичні вказівки до лабораторних робіт. – Одеса: «Одеський національний університет імені І. І. Мечникова». - 2014. – 55 с.

### *Додаткова:*

8. Зайцев В.Н. Комплексообразующие кремнеземы. Синтез, строение привитого слоя и химия поверхности – Х.: Фолио. – 1997. – 233 с.
9. Золотов Ю. А., Кузьмин Н. М. Концентрирование микроэлементов. – М.: Химия. – 1982. – 288 с.
10. Москвин Л. Н., Царицына Л. Г. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. – Л.: Химия. – 1991. – 256 с.
11. Кузьмин Н. М., Золотов Ю. А. Концентрирование следов элементов. – М.: Химия. – 1988. – 256 с.
12. Мицуике А. Методы концентрирования микроэлементов в неорганическом анализе. – М.: Химия. - 1986.– 152 с.
13. Коренман И. М. Аналітична хімія малих концентрацій. – М.: Химия. – 1967. – 168 с.
14. Янсон Э. Ю. Теоретические основы аналитической химии. – М.: Высш. шк. - 1987. – 304 с.

15. Тертых В. А., Белякова Л. А. Химические реакции с участием поверхности кремнезема АН УССР, Ин-т химии поверхности. – К.: Наук. Думка. - 1991. – 260 с.
16. Костенко Л.С., Зайцев В.М. Кремнеземи, функціоналізовані похідними амінофосфонової кислоти // Украинский химический журнал. — 2009. — Т. 75, № 10. — С. 83-90.

*Интернет-ресурси:*

1. <https://ecology.kpi.ua/wp-content/uploads/2018/12/%D0%90%D0%B2%D1%82%D0%BE%D1%80%D0%B5%D1%84%D0%B5%D1%80%D0%B0%D1%82-%D0%9C%D0%BE%D1%87%D0%BA%D0%BE%D1%88.pdf>
2. [https://nung.edu.ua/files/attachments/sakalova\\_dysertacyya\\_s\\_dodatkami.pdf](https://nung.edu.ua/files/attachments/sakalova_dysertacyya_s_dodatkami.pdf)
3. [https://studopedia.su/13\\_54084\\_sorbtsIynI-protsezi-I-yih-klasifikatsIya.html](https://studopedia.su/13_54084_sorbtsIynI-protsezi-I-yih-klasifikatsIya.html)  
[https://studopedia.com.ua/1\\_16848\\_sorbtsiyni-protsezi-ih-klasifikatsiya-adsorbtsiya-na-mezhi-riznomanitnih-faz.html](https://studopedia.com.ua/1_16848_sorbtsiyni-protsezi-ih-klasifikatsiya-adsorbtsiya-na-mezhi-riznomanitnih-faz.html)
5. [https://lpnu.ua/sites/default/files/dissertation/2019/12954/dis\\_sabadash\\_1.pdf](https://lpnu.ua/sites/default/files/dissertation/2019/12954/dis_sabadash_1.pdf)
6. <https://studfile.net/search/?q=%D0%B5%D0%BA%D0%BE%D0%BB%D0%BE%D0%B3%D1%96%D1%87%D0%BD%D0%B0>  
<https://studfile.net/preview/6273168/page:9/>

Навчальне видання

КИЧКИРУК Ольга Юріївна  
КУСЯК Наталія Володимирівна

## **Сорбційні методи в хімічному аналізі**

Інструктивно-методичні матеріали до лабораторних занять

