

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДВНЗ «УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ»
НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ІНСТИТУТ ХІМІЇ ТА ЕКОЛОГІЇ
КАФЕДРА ФІЗИЧНОЇ ТА КОЛОЇДНОЇ ХІМІЇ**

КОЗЬМА А.А., ГОЛУБ Н.П.

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ
ЗІ СПЕЦКУРСУ
«ВИРОБНИЧИЙ ПОТЕНЦІАЛ ЗАКАРПАТТЯ
НА ОСНОВІ ПРИРОДНИХ СОРБЕНТІВ
ТА РЕГІОНАЛЬНОЇ СИРОВИНІ»
для студентів ОС «Магістр»
(спеціальність 101 Екологія)**

Ужгород-2024

УДК 54-414(076/5)
B52

Козьма А.А., Голуб Н.П. Методичні вказівки до лабораторного практикуму зі спецкурсу «Виробничий потенціал Закарпаття на основі природних сорбентів та регіональної сировини» для студентів ОС «Магістр» (спеціальність 101 Екологія). Ужгород: ПП Роман О.І., 2024. 32 с.

Автори:

Козьма Антон Антонович – кандидат хімічних наук, доцент кафедри фізичної та колоїдної хімії Навчально-наукового інституту хімії та екології ДВНЗ «Ужгородський національний університет»;

Голуб Неля Петрівна – кандидат хімічних наук, доцент, завідувач кафедри фізичної та колоїдної хімії Навчально-наукового інституту хімії та екології ДВНЗ «Ужгородський національний університет».

Рецензенти:

Дзямко Віталій Михайлович – кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри фізичної та колоїдної хімії Навчально-наукового інституту хімії та екології ДВНЗ «Ужгородський національний університет»;

Трапезнікова Людмила Віталіївна – кандидат хімічних наук, старший науковий співробітник, доцент кафедри екології та охорони навколишнього середовища Навчально-наукового інституту хімії та екології ДВНЗ «Ужгородський національний університет».

Рекомендовано до друку Вченю радою Навчально-наукового інституту хімії та екології ДВНЗ «Ужгородський національний університет»
(Протокол №11 від 21 червня 2024 року).

ЗМІСТ

Модуль 1. ВИРОБНИЧИЙ ПОТЕНЦІАЛ ЗАКАРПАТТЯ НА ОСНОВІ ПРИРОДНИХ СОРБЕНТІВ	5
Тема 1. Вступ. Предмет «Виробничий потенціал Закарпаття на основі природних сорбентів та регіональної сировини»	5
Лабораторна робота №1 «Спостереження зміни кольору забарвлених розчинів внаслідок сорбції їх компонентів поверхнею закарпатських цеолітів»	5
Питання для самоконтролю	6
Тема 2. Технології фізико-хімічної переробки цеолітів Закарпаття	7
Лабораторна робота №2 «Визначення густини закарпатського цеоліту пікнометричним методом»	7
Питання для самоконтролю	9
Тема 3. Основи наукових досліджень у газовидобуванні та газопереробній промисловості	10
Лабораторна робота №3 «Визначення насипної густини подрібненого закарпатського цеоліту методом пурки»	10
Питання для самоконтролю	11
Тема 4. Основи наукових досліджень у нафтодобуванні та нафтопереробній промисловості	12
Лабораторна робота №4 «Визначення густини закарпатського цеоліту на основі експериментальних даних рентгенівської дифрактометрії»	12
Питання для самоконтролю	13
Тема 5. Каолінові виробництва	14
Лабораторна робота №5 «Спостереження сорбції на каоліновій глині»	14
Питання для самоконтролю	15
Тема 6. Сучасні технології лісохімічного виробництва Закарпаття	16
Лабораторна робота №6 «Вивчення адсорбції оцтової кислоти на деревному вугіллі»	16
Питання для самоконтролю	17
Модуль 2. ВИРОБНИЧИЙ ПОТЕНЦІАЛ ЗАКАРПАТТЯ НА ОСНОВІ РЕГІОНАЛЬНОЇ СИРОВИНІ	19
Тема 7. Мінеральні води Закарпаття та Єврорегіону	19
Лабораторна робота №7 «Визначення вмісту іонів мангану в мінеральних водах методом атомно-абсорбційної спектроскопії»	19
Питання для самоконтролю	21
Тема 8. Термальні води Закарпаття та Єврорегіону	22
Лабораторна робота №8 «Визначення вмісту іонів заліза в термальних водах методом атомно-абсорбційної спектроскопії»	22
Питання для самоконтролю	23

Тема 9. Технології обробки закарпатських мінералів для застосувань у різних сферах виробництва	24
Лабораторна робота №9 «Дослідження процесу дегідратації кристалогідратного мінералу»	24
Питання для самоконтролю	25
Тема 10. Основи фізико-хімічного дослідження природних руд і мінералів	26
Лабораторна робота №10 «Визначення вмісту іонів міді в поліметалевих рудах кольорових металів методом атомно-абсорбційної спектроскопії»	26
Питання для самоконтролю	27
Тема 11. Інші види перспективних регіональних ресурсів Закарпаття та шляхи їх ефективної переробки й використання	28
Лабораторна робота №11 «Визначення вмісту іонів цинку в закарпатському виноматеріалі домашнього та промислового виробництв методом атомно-абсорбційної спектроскопії»	28
Питання для самоконтролю	30
Використана література	31

Модуль 1.
ВИРОБНИЧИЙ ПОТЕНЦІАЛ ЗАКАРПАТТЯ
НА ОСНОВІ ПРИРОДНИХ СОРБЕНТІВ

Тема 1.

Вступ. Предмет «Виробничий потенціал Закарпаття на основі природних сорбентів та регіональної сировини»

Програмні питання

1. Ресурси та сировинний потенціал Закарпатської області.
2. Виробничий потенціал Закарпаття на основі мінеральних ресурсів.
3. Закарпатські цеолітні мінерали як природні сорбенти та іоніти.
4. Цеолітні родовища Закарпатської області.
5. Перспективи виробничого розвитку Закарпаття на основі природних сорбентів.

Лабораторна робота №1
«Спостереження зміни кольору забарвлених розчинів внаслідок сорбції їх компонентів поверхнею закарпатських цеолітів»

Мета роботи: експериментально дослідити сорбційні властивості закарпатських цеолітів.

Матеріали (реактиви) та обладнання: закарпатські цеоліти природного походження (сокирницький клиноптилоліт або липчанський морденіт), метиленовий синій, конго червоний, водний та спиртовий розчини фуксину, калій біхромат, ферум(III) хлорид, ферум(III) гідроксид, пробірки, хімічні стакани, фільтрувальний папір.

Методика даної роботи сформована на основі відомостей із джерел [1, 2].

Хід виконання роботи

У низку пробірок помістити по 1 мл розчину з масовою часткою 0,02 % метиленового синього, конго червоного, водні розчини $K_2Cr_2O_7$ та $FeCl_3$, золю $Fe(OH)_3$, 1 мл водного розчину фуксину і 1 мл спиртового розчину фуксину.

Потім додати в усі пробірки по 0,2 г подрібненого закарпатського цеоліту. Усі пробірки перемішати протягом 2–3 хв і відфільтрувати. Спостерігати зміну забарвлення та пояснити явище адсорбції.

Результати спостережень записати в табл.1.

Таблиця 1

Назва розчину						
Забарвлення розчину до адсорбції						
Забарвлення розчину після адсорбції						
Висновок про характер адсорбції						

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Який хімічний склад цеолітів Закарпаття?
2. У чому полягає відмінність між сокирницьким клиноптилолітом та морденітами липчанського й водицького родовищ?
3. Які структурні особливості мають закарпатські цеоліти?
4. Чим пояснюються адсорбційні властивості закарпатських цеолітів?
5. Чи впливає цеолітна вода на сорбційні властивості цеолітів?
6. У чому суть відмінності унікальних сорбційних, іонообмінних та каталітических властивостей цеолітів Закарпаття, порівняно з цеолітами інших родовищ та синтетичних цеолітів?

Тема 2.

Технології фізико-хімічної переробки цеолітів Закарпаття

Програмні питання

1. Сучасні напрямки практичного застосування закарпатських цеолітів.
2. Кристалохімічні властивості закарпатських цеолітів.
3. Фізико-хімічні властивості закарпатських цеолітів.
4. Методи фізико-хімічного дослідження цеолітів.
5. Методи обробки цеолітів.
6. Сорбційні властивості цеолітів.
7. Іонообмінні властивості цеолітів.
8. Кatalітичні властивості цеолітів.

Лабораторна робота №2

«Визначення густини закарпатського цеоліту пікнометричним методом»

Мета роботи: засвоїти методику експериментального визначення густини природного закарпатського цеоліту пікнометричним методом.

Матеріали (реактиви) та обладнання: закарпатські цеоліти природного походження (сокирницький клиноптилоліт або липчанський морденіт), агатова ступка з товкачем, каліброване сито, пікнометр, фільтрувальний папір, калька, дистильована вода або толуен, вакуумний насос або водяна баня, електроплитка, термометр, лабораторні аналітичні терези.

Методика даної роботи сформована на основі відомостей із джерел [2-5].

Закарпатські цеоліти, які є унікальними й перспективними природними адсорбентами, іонітами та каталізаторами, мають розвинену мережу структурних каналів [2]. Це особливо впливає на їх внутрішню поверхню та густину. Для таких зразків використовують пікнометричний метод, який дозволяє з високою точністю визначати їх дійсну (істинну) густину. У зазначеному методі використовують пікнометри – калібровані скляні посудини місткістю від 1 см³ до 100 см³ [3]. Точний об'єм пікнометрів визначають зважуванням з водою або толуеном.

Хід виконання роботи

Отримати від керівника лабораторного заняття твердий каталізатор пористої структури. Подрібнити каталізатор у агатовій ступці. Просіяти подрібнений зразок крізь каліброване сито, отримане від керівника заняття.

Добре вимити та просушити пікнометр. Зважити сухий пікнометр.

Виміряти температуру дистильованої води (стандартної рідини). Залити в пікнометр дистильовану воду до мітки. Краплі води вище відмітки прибрести фільтрувальним папером. Зважити на аналітичних терезах пікнометр з водою. Потім вилити воду з пікнометра. Зважити мокрий пікнометр.

За допомогою кальки, яка запобігає потраплянню та прилипанню частинок зразка вище відмітки, засипати подрібнений каталізатор на дно пікнометра. Речовини має бути стільки, щоб дно пікнометра вкрилось шаром товщиною в 1-2 зерна [3]. Іншим орієнтиром стосовно маси досліджуваної речовини слугує наступне співвідношення. Якщо пікнометр має об'єм 5 мл, то наважка досліджуваної речовини, яка поміщається в нього, має бути близькою до 0,5 грам. Якщо пікнометр має об'єм 50 мл, то наважка має бути близькою до 5 грам [4]. Пікнометр з наважкою зважують.

Пікнометр з наважкою залити дистильованою водою приблизно на 2/3 від його ємності. Далі пікнометр вакуумують вакуумним насосом (час від часу струшуючи пікнометр з твердою наважкою) або кип'ятять. Тривалість термообробки може коливатись від 10 хв до 60 хв. Необхідний час залежить від природи досліджуваного зразка та вказується керівником заняття. Вакуумуванням або кип'ятінням досягають повного видалення повітря з порожнин та заповнення їх стандартною рідиною. Одним із опосередкованих критеріїв повного видалення повітря є рівномірна осільність твердої речовини на дно пікнометра. При цьому дистильована вода над речовиною стає повністю прозорою. Після вилучення повітря пікнометр з наважкою та водою охолоджують до кімнатної температури, доливають дистилятом до мітки та зважують.

Пікнометричну густину ρ_i цеоліту розраховують за формулою (2.1) [3]:

$$\rho_i = \frac{\rho_{n.p.} \cdot g}{m_1 - (m_2 - g)}, \quad (2.1)$$

де

$\rho_{n.p.}$ – густина пікнометричної рідини при кімнатній температурі,

g – наважка твердого зразка,

m_1 – маса пікнометра з рідиною,

m_2 – маса пікнометра з рідиною та наважкою.

Вимірювання проводять п'ять разів. Із п'яти результатів обирають три (зробільшого нехтують найбільшим та найменшим значеннями), які найменше відрізняються між собою та розраховують для них середнє значення. Середня величина вважається найбільш точною.

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Які види густини ви знаєте?
2. Яку густину дозволяє визначити пікнометричний метод?
3. Густини яких речовин можна визначати за допомогою пікнометричного методу?
4. Які рідини використовують у пікнометричному методі?
5. Які величини потрібні для визначення пікнометричної густини?

Тема 3.
Основи наукових досліджень у газовидобуванні
та газопереробній промисловості

Програмні питання

1. Газові родовища Закарпаття, їх потенціал та перспективи розробки.
2. Перспективні напрямки переробки природного газу Закарпатської області.
3. Перспективи застосування природних цеолітів та їх синтетичних аналогів у процесах переробки природного газу.
4. Цеоліти як перспективні каталізатори одержання цінних продуктів із компонентів природного газу.
5. Перспективи одержання біогазу в Закарпатській області.

Лабораторна робота №3
«Визначення насипної густини подрібненого закарпатського
цеоліту методом пурки»

Мета роботи: засвоїти методику експериментального визначення насипної густини подрібненого цеоліта методом пурки.

Матеріали (реактиви) та обладнання: закарпатський цеоліт природного походження (сокирницький клиноптилоліт або липчанський морденіт), агатова ступка з товкачем, каліброване сито, стандартизована пурка, лабораторні аналітичні терези.

На території Закарпаття налічується 12 газових родовищ, серед яких 2 залучені до промислової розробки [6].

Закарпатські цеоліти є перспективними каталізаторами процесів переробки компонентів природного газу [7, 8]. При дослідженні каталітичних властивостей нерухомого шару подрібненого каталізатора використовується його насипна густина, яка тісно пов'язана зі швидкістю потоку реакційної газової суміші [9]. Насипна густина $\rho_{\text{ нас}}$ – це відношення маси сипучого каталізатора до його об'єму в умовах вільної засипки. В лабораторних умовах $\rho_{\text{ нас}}$ визначають за допомогою пурки [4].

Методика даної роботи розроблена на основі відомостей із джерел [3, 4].

Хід виконання роботи

Отримати від керівника лабораторного заняття закарпатський цеоліт. Подрібнити мінерал у агатовій ступці. Просіяти подрібнений зразок крізь каліброване сито, отримане від керівника заняття.

Зважити пустий мірний циліндр (елемент конструкції пурки). Зібрати пурку згідно інструкції. Завантажувальний циліндр наповнити подрібненим каталізатором. Відкрити засув, що дозволить пересипатись каталізатору в циліндр-наповнювач. Зняти порожній завантажувальний циліндр. Вийняти ніж із мірного циліндра. Подрібнений цеоліт разом із падаючим дном переміститься в мірний циліндр. Потім зважити мірний циліндр, наповнений цеолітним зразком [3, 4].

Об'єм мірного циліндра $V_{\text{м.ч.}}$ визначити за формулою (3.1) [4]:

$$V_{\text{м.ч.}} = 0,25 \cdot \pi \cdot l \cdot d^2, \quad (3.1)$$

де

l – висота мірного циліндра,

d – діаметр мірного циліндра.

Насипну густину визначити за формулою (3.2) [3]:

$$\rho_{\text{нас}} = \frac{m_2 - m_1}{V_{\text{м.ч.}}}, \quad (3.2)$$

де

m_1 – маса пустого мірного циліндра,

m_2 – маса мірного циліндра з цеолітом.

Вимірювання проводять п'ять разів. Із п'яти результатів обирають три (зробільшого нехтують найбільшим та найменшим значеннями), які найменше відрізняються між собою та розраховують для них середнє значення. Середня величина вважається найбільш точною.

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Що таке насипна густина?
2. Що називають «пуркою»?
3. Для дослідження яких речовин доцільно використовувати метод пурки?
4. Як визначають об'єм мірного циліндра в методі пурки?
5. Як розраховують насипну густину в методі пурки?

Тема 4.

Основи наукових досліджень у нафтодобуванні та нафтопереробній промисловості

Програмні питання

1. Закарпатські цеоліти як перспективні катализатори процесів нафтопереробки.
2. Цеоліти в процесах крекінгу нафти.
3. Очищення компонентів нафти за допомогою цеолітних сорбентів.
4. Забруднення навколошнього середовища нафтопродуктами.
5. Захист об'єктів навколошнього середовища від шкідливих викидів підприємств нафтovidобутку та нафтопереробки за допомогою цеолітів.

Лабораторна робота №4

«Визначення густини закарпатського цеоліту на основі експериментальних даних рентгенівської дифрактометрії»

Мета роботи: засвоїти методику визначення густини закарпатського цеоліту за експериментальними даними рентгенівської дифрактометрії.

Матеріали (реактиви) та обладнання: експериментальні рентгенівські дифрактограми закарпатських цеолітів природного походження (сокирницький клиноптилоліт або липчанський морденіт), персональний комп'ютер, спеціалізовані комп'ютерні програми для здійснення рентгенівського фазового аналізу та розрахунку параметрів елементарної кристалічної гратки.

Цеоліти належать до сучасних перспективних катализаторів крекінгу нафти та використовуються в різних процесах нафтопереробки. Фізико-хімічні властивості таких зразків досліджуються з використанням рентгенівських методів аналізу [10]. В даній лабораторній роботі здійснюються розрахунки об'єму елементарної кристалічної комірки та рентгенівської густини природних цеолітів Закарпаття на основі даних, одержаних за допомогою рентгенівських досліджень.

Хід виконання роботи

Отримати від керівника заняття експериментальні та теоретичні (ідеалізовані) рентгенограми цеолітних зразків. За допомогою комп'ютерної програми POWDERCELL 2.0 [11] здійснити індексацію основних рефлексів експериментальної дифрактограми. Вибирати рефлекси тільки значної інтенсивності з інтервалу 5–100 %. Кожному рефлексу повинні відповідати певні значення кута 2θ та параметри hkl . Величину 2θ вибирати не за максимальною точкою піка, а за приблизною серединою ширини рефлексу.

Одержані набір даних опрацювати за допомогою комп’ютерної програми UNITCELL [12]. Це дозволить розрахувати параметри елементарної комірки, серед яких і її об’єм $V_{e.k.}$.

Розрахунки вважаються правильними, якщо одержані величини відрізняються від очікуваних (теоретичних або ідеалізованих) у межах $\leq 1\%$. Результати вважаються незадовільними, якщо їх похибка $\geq 3\%$. В такому разі індексацію дифрактограми потрібно повторити, але більш уважно, не допускаючи попередніх помилок.

Знаючи емпіричну формулу досліджуваного зразка (що дозволяє розрахувати молекулярну або молярну масу), кількість формульних одиниць у елементарній комірці та визначений вище $V_{e.k.}$ розрахувати відповідну величину рентгенівської густини $\rho_{renz.}$

Одержану величину $\rho_{renz.}$ порівняти із пікнометричним значенням, отриманим у попередній лабораторній роботі №2. Зробити висновок про спостережувану відмінність, яку дають різні методи визначення густини, та пояснити, чим це обумовлено.

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Рентгенівська густина за фізико-хімічною суттю близьча до «істинної» чи до «видимої» густини зразка?
2. Чому рентгенівську густину часто називають теоретичною?
3. Чи можливо здійснити рентгенівський фазовий аналіз для багатофазового зразка?
4. Чи дозволяє програма POWDERCELL 2.0 безпосередньо розрахувати густину досліджуваного зразка?
5. Як сингонія зразка впливає на вибір характеристичних рефлексів?

Тема 5. Каолінові виробництва

Програмні питання

1. Каоліни як глинисті породи.
2. Родовища каолінів на території Закарпатської області.
3. Фізико-хімічні властивості каолінових глин.
4. Сорбційні властивості каолінів.
5. Практичне використання каолінових глин.
6. Потенційне використання каолінів для охорони навколишнього середовища.
7. Сучасні перспективи розвитку каолінових виробництв Закарпаття.

Лабораторна робота №5 «Спостереження сорбції на каоліновій глині»

Мета роботи: експериментально дослідити сорбційні властивості закарпатських каолінів.

Матеріали (реактиви) та обладнання: каолінова глина природного походження Закарпатського регіону, метиленовий синій, конго червоний, водний та спиртовий розчини фуксину, калій біхромат, ферум(ІІІ) хлорид, ферум(ІІІ) гідроксид, пробірки, хімічні стакани, фільтрувальний папір.

На території Закарпатської області є 4 гірничорудні родовища із запасами каоліну та бентонітової глини [6]. Берегівські каоліни (глинисті породи) належать до цінної сировини фарфоро-фаянсової промисловості [13]. Водночас вони володіють й унікальними сорбційними, іонообмінними та каталітичними властивостями для різних процесів. Тому каоліни Закарпатського регіону належать і до сучасних перспективних природних сорбентів для вилучення небезпечних забруднювачів з об'єктів навколишнього середовища [13].

Хід виконання роботи

У низку пробірок помістити по 1 мл розчину з масовою часткою 0,02 % метиленового синього, конго червоного, водні розчини $K_2Cr_2O_7$ та $FeCl_3$, золю $Fe(OH)_3$, 1 мл водного розчину фуксину і 1 мл спиртового розчину фуксину. Потім додати в усі пробірки по 0,2 г подрібненої каолінової глини. Усі пробірки перемішати протягом 2–3 хв і відфільтрувати [1]. Спостерігати зміну забарвлення та пояснити суть даного явища адсорбції.

Результати спостережень записати в табл. 1.

Таблиця 1

Назва розчину							
Забарвлення розчину до адсорбції							
Забарвлення розчину після адсорбції							
Висновок про характер адсорбції							

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Який хімічний склад мають каолінові глини?
2. Який хімічний склад мають каолінові глини Закарпатського регіону?
3. Чим обумовлені сорбційні властивості каолінів?
4. Як термічна обробка впливає на фізико-хімічні властивості каолінів?
5. Які переваги та недоліки каолінових сорбентів порівняно з активованим вугіллям?
6. Які переваги та недоліки каолінових сорбентів порівняно з цеолітними сорбентами?

Тема 6.

Сучасні технології лісохімічного виробництва Закарпаття

Програмні питання

1. Деревні ресурси Закарпаття як основа лісохімічної промисловості області.
2. Основна продукція лісохімічного виробництва Закарпатської області.
3. Технології одержання активованого деревного вугілля.
4. Древнє вугілля як ефективний адсорбент, його переваги та недоліки порівняно з іншими сорбентами.
5. Перспективи розвитку лісохімічного виробництва Закарпаття.

Лабораторна робота №6

«Вивчення адсорбції оцтової кислоти на деревному вугіллі»

Мета роботи: навчитись визначати величину адсорбції органічної кислоти на активованому деревному вугіллі.

Матеріали (реактиви) та обладнання: активоване деревне вугілля, розчини оцової кислоти, розчин натрій гідроксиду, індикатор фенолфталейн, бюретки, колби, паперові фільтри.

Найбільші в Україні підприємства лісохімічної промисловості розташовані в Закарпатській (Перечин та Свалява) та Житомирській (Коростень) областях. На підприємствах Перечина та Сваляви виробляється важлива різноманітна лісохімічна продукція, до якої належить і деревне вугілля [14]. Активоване деревне вугілля відноситься до ефективних сорбентів [15]. У даній лабораторній роботі досліджується процес адсорбції оцової кислоти на активованому деревному вугіллі.

Ізотерми адсорбції ряду речовин із розчину на поверхні твердого тіла в області середніх концентрацій задовільно описуються емпіричним рівнянням Фрейндліха [1, 5]:

$$\frac{X}{m} = K \cdot C^{\frac{1}{n}}, \quad (6.1)$$

де

X – кількість адсорбату, ммоль;

m – маса адсорбенту, кг;

X/m – величини адсорбції, кмоль/кг;

K і $1/n$ – емпіричні константи, залежні від природи адсорбенту та адсорбату;

C – рівноважна молярна концентрація розчину адсорбату, моль/м³.

Величина адсорбції X/m або a розраховується за формулою:

$$a = \frac{(c_o - c) \cdot V}{m} . \quad (6.2)$$

Якщо прологарифмувати рівняння (6.1), то одержимо:

$$\lg \frac{X}{m} = \lg K + \frac{1}{n} \lg c . \quad (6.3)$$

Даний вираз є рівнянням прямої лінії.

Для визначення K і $1/n$ находять логарифми значень c і X/m і будують графік (див. рисунок: по осі абсцис $\lg c$, а по осі ординат $\lg(X/m)$). Величина відрізку AO дорівнює $\lg K$. За значенням логарифму знаходять K . Постійна $1/n$ дорівнює tga або відношенню довжин відрізків CB і AB , тобто $1/n = CB/AB$.

Хід виконання роботи

У чотири колби вносять по 1 г активованого вугілля і наливають із бюретки по 25 мл розчинів етанової кислоти різної молярної концентрації (0,05; 0,1; 0,2; 0,4 моль/л). Колби періодично збовтують близько 20 хвилин. Потім розчини фільтрують через паперові фільтри в сухі колбочки, відкидаючи перші 3–5 мл фільтрату (для уникнення похибок за рахунок адсорбції кислоти на фільтрі). Рівноважну молярну концентрацію кислоти у фільтраті визначають титруванням 5 мл розчину розчином NaOH ($c(\text{NaOH})=0,1$ моль/л) у присутності фенолфталеїну. Кожний розчин титрують 2–3 рази. Потім за формулою (6.2) розраховують величину адсорбції етанової кислоти, а також знаходять $\lg c$ і $\lg(X/m)$ [1, 5]. Результати розрахунків вносять у таблицю:

c_o , МОЛЬ/М ³	c , МОЛЬ/М ³	X/m , КМОЛЬ/КГ	$\lg c$	$\lg X/m$	K	$1/n$
50						
100						
200						
400						

Користуючись даними таблиці, будують ізотерму адсорбції оцтової кислоти, при цьому на осі абсцис відкладають рівноважну молярну концентрацію c , а на осі ординат – значення X/m . Постійні K і $1/n$ у рівнянні Фрейндліха визначають з графіку залежності $\lg(X/m)$ від $\lg c$.

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Які речовини ефективно поглинаються поверхнею активованого деревного вугілля?
2. Назвіть приклади речовин, які не сорбуються поверхнею активованого вугілля?
3. Яка селективність адсорбції активованим вугіллям?
4. Які рівняння використовуються для опису адсорбції на активованому вугіллі?
5. Які переваги та недоліки вугільних адсорбентів порівняно з альтернативними сорбентами (цеолітами та каоліновими глинами)?

Модуль 2.
**ВИРОБНИЧИЙ ПОТЕНЦІАЛ ЗАКАРПАТТЯ НА ОСНОВІ
РЕГІОНАЛЬНОЇ СИРОВИНІ**

Тема 7.
Мінеральні води Закарпаття та Єврорегіону

Програмні питання

1. Закарпаття – лідер України за кількістю та якістю мінеральних вод.
2. Основні види мінеральних вод Закарпаття.
3. Родовища та типи закарпатських мінеральних вод.
4. Хімічний склад основних мінеральних вод.
5. Фізико-хімічні методи дослідження мінеральних вод.
6. Вплив різних мінеральних вод на функціонування організму людини.
7. Перспективи розвитку виробництва мінеральних вод Закарпаття.

Лабораторна робота №7
**«Визначення вмісту іонів мангану в мінеральних водах методом
атомно-абсорбційної спектроскопії»**

Мета роботи: навчитись визначати кількість іонів мангану в мінеральних водах за допомогою атомно-абсорбційної спектроскопії.

Матеріали та обладнання: мінеральні води природного походження різних родовищ Закарпаття (та/або Єврорегіону); стандартний розчин іонів мангану в нітратній кислоті; матричний 0,1 % розчин HNO_3 ; деіонізована вода; атомно-абсорбційний спектрометр «Aurora Instruments Ltd»; графітові кювети; лампа з порожнистим мanganовим катодом; піпеки, мірні ковби та циліндри, віали.

Метод атомно-абсорбційної спектроскопії (AAC) базується на вимірюванні об'ємного поглинання (абсорбції) світла (електромагнітного випромінювання) атомами досліджуваної речовини у газоподібному стані. Розчин з досліджуваною речовиною поміщають у графітову кювету, яка за спеціальним режимом нагрівається до високих температур (переважно до $\leq 2400^{\circ}\text{C}$) за допомогою електричного струму. Графітову кювету продувають інертним газом (зебільшого високочистим аргоном *), що захищає її від згорання. Завдяки швидкому нагріванню електричною дугою проба з розчином досліджуваної речовини випаровується та розщеплюється на атоми [16].

В одиничному дослідженні метод AAC дозволяє аналізувати тільки атоми одного елемента. Однак для визначення кожного елемента потрібна спеціальна лампа з порожнистим електродом, який виготовлений (або покритий) з такого ж елементу. Така лампа дає опромінення тільки певної довжини *. Ця довжина хвилі (резонансної або аналітичної лінії) має відповідати енергетичному

переходу в атомах досліджуваної речовини [16]. У кожного елемента є від одної до трьох таких аналітичних ліній (або резонансних переходів)*. При дослідженнях вибирається одна аналітична лінія, яка найкраще підходить до умов експерименту.

Базова схема атомно-абсорбційного спектрометра складається з джерела випромінювання, яким є лампа з порожнистим катодом, модулятора (запобігає сторонньому випромінюванню, зокрема, флуоресценції атомів досліджуваної проби), через який випромінювання потрапляє у графітову кювету з атомізованою пробою, далі світло проходить монохроматор, який дозволяє виділити із спектра потрібну аналітичну лінію, і нарешті фотоелементи, на яких вимірюється інтенсивність випромінювання. На фотоелементах фіксуються два світлові потоки. Перший – це пройдене випромінювання через атомізовану пробу, а другий через пробу не проходить і слугує світловим потоком порівняння [16].

При стабільній роботі джерела випромінювання, розпилювача, атомізатора, величина $\lg(I_0/I_t)$, яка рівна величині атомного поглинання (абсорбції) A , є прямо пропорційною до концентрації визначуваного елемента. Це дозволяє визначати кількість досліджуваної речовини методом градуувального графіка [16].

Методика даної роботи розроблена на основі [5] та супровідного посібника до спектрометра «Aurora Instruments Ltd»*.

Хід виконання роботи

1. Готують (у разі його відсутності) стандартний розчин іонів мангану. Для цього 1 г металічної мангану розчиняють у невеликій кількості нітратної кислоти. Потім розчин доводять до 1 л, одержуючи концентрацію мангану 1 г/л або 1000 ппм/дм³ [1].

2. Далі зі стандартного розчину готують п'ять розчинів з концентраціями мангану 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 і 2,5 мкг/л (рекомендований діапазон для мanganвмісних розчинів об'ємом 20 мкл з прямолінійною залежністю абсорбції від концентрації становить 0–3 мкг/л *). З цією метою стандартний розчин розводять деіонізованою водою. Також готують матричний 0,1 % розчин HNO₃ без вмісту мангану.

3. Вимірюють на атомно-абсорбційний спектрометрі Aurora Instruments Ltd* з графітовою кюветою світлопоглинання шести приготованих розчинів. Монохроматор налаштовують на довжину хвилі $\lambda=279,5$ нм (аналітична лінія Mn). Атомізацію здійснюють методом електротермії *.

Дослідження розпочинають з матричного розчину. Ін'єкційний об'єм проби має становити 20 мкл *. Спостережувану абсорбцію матричного розчину приймають за нульову. Для кожного розчину здійснюють від трьох до п'яти вимірювань. Якщо перші три значення для певного розчину незначно відрізняються між собою, то для них розраховують середнє арифметичне, яке наносять на графічну залежність величини абсорбції A від концентрації. Якщо перші три значення для певного розчину сильно відрізняються між собою, то здійснюють

два додаткові виміри. Із п'яти значень відкидають найменше та найбільше, а з решти трьох розраховують середнє арифметичне та наносять на градуувальний графік. З метою перевірки правильності одержуваних значень можна звернутись до кількох «реперних» точок. Наприклад, для проби об'ємом 20 мкл з концентрацією іонів мангану 1,0 мкг/л величина абсорбції має бути близькою до 0,32, а з 2,5 мкг/л – 0,80 *. Атомізацію всіх проб здійснюють згідно інструкції до приладу Aurora Instruments Ltd*: швидкість подачі інертного газу на всіх етапах нагрівання зразків складає 2 л/хв, а абсорбція проби вимірюється тільки при температурі 2400°C.

4. За експериментально одержаними точками будують градуувальний графік $A=f(C)$ з урахуванням середньоквадратичного відхилення. У обраному інтервалі 0–3 мкг/л повинна спостерігатись прямолінійна залежність. Далі виводять рівняння для даної прямої. Рівняння є добре застосовним, якщо спостерігається індекс детермінації R^2 на рівні $\geq 0,99$.

5. Невеликий об'єм (до 10 мл) досліджуваної мінеральної води природного походження піддають фільтрації та поміщають у спеціальну віалу. З віали, за допомогою програмованого дозатора, відбирається проба об'ємом 20 мкл, яка аналізується на атомно-абсорбційному спектрометрі. Якщо величина спостережуваної абсорбції вища за 0,9, то пробу вихідного розчину додатково розбавляють. У робочому журналі обов'язково відмічають кратність такого розведення. Далі за спостережуваною величиною абсорбції на градуувальному графіку визначають концентрацію іонів мангану. Дещо точніше можна розрахувати кількість мангану за одержаним у пункті 4 рівнянням прямої.

Потім одержаний результат зазначають у висновку до даної лабораторної роботи.

Примітка*. AI 1200: Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer, Cookbook 2, Aurora Instruments Ltd, Vancouver (n.d.).

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

- На якому законі фотохімії засновано атомно-абсорбційний метод фізико-хімічного дослідження речовин?
- Атомізована проба поглинає світло своєю поверхнею чи об'ємом?
- З яких основних блоків складається атомно-абсорбційний спектрометр?
- При якій температурі вимірюється світлопоглинання атомізованої пари мангану?
- Які фактори здатні змінити прямолінійну залежність величини абсорбції від концентрації для мanganvмісних розчинів?

Тема 8. Термальні води Закарпаття та Єврорегіону

Програмні питання

1. Закарпатські термальні води – унікальний ресурс України.
2. Термальні джерела Закарпаття.
3. Хімічний склад закарпатських термальних вод.
4. Фізико-хімічні методи дослідження термальних вод.
5. Вплив термальних вод на організм людини.
6. Перспективи геотермальної енергетики Закарпаття.
7. Перспективи подальшого розвитку термальних зон Закарпаття.

Лабораторна робота №8 «Визначення вмісту іонів заліза в термальних водах методом атомно-абсорбційної спектроскопії»

Мета роботи: навчитись визначати кількість іонів заліза в термальних водах Закарпатського регіону за допомогою атомно-абсорбційної спектроскопії.

Матеріали та обладнання: термальні води природного походження різних родовищ Закарпаття (та/або Єврорегіону); стандартний розчин заліза в нітратній кислоті; матричний 0,1 % розчин HNO_3 ; деіонізована вода; атомно-абсорбційний спектрометр «Aurora Instruments Ltd»; графітові кювети; лампа з порожнистим залізним катодом; піпеки, мірні ковби та циліндри, віали.

Термальні води Закарпаття – є унікальним ресурсом України. Особливо цінним на території нашої держави є Берегівське родовище термальних вод з балансовими запасами 0,871 тис. $\text{м}^3/\text{добу}$ [6].

Методика даної роботи розроблена на основі [5] та супровідного посібника до спектрометра «Aurora Instruments Ltd»*.

Хід виконання роботи

1. Готують (у разі його відсутності) стандартний розчин заліза. Для цього 1 г металічного заліза розчиняють у 20 мл соляної кислоти. Потім розчин доводять до 1 л, одержуючи концентрацію заліза 1 г/л або 1000 $\text{ппм}/\text{дм}^3$ *.

2. Далі зі стандартного розчину готують п'ять розчинів з концентраціями мангану 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 і 2,5 $\mu\text{г}/\text{л}$ (рекомендований діапазон для залізовмісних розчинів об'ємом 90 μl з прямолінійною залежністю абсорбції від концентрації становить 0–2,5 $\mu\text{г}/\text{л}$ *). З цією метою стандартний розчин розводять деіонізованою водою. Також готують матричний 0,1 % розчин HNO_3 без вмісту заліза.

3. Вимірюють на атомно-абсорбційний спектрометрі Aurora Instruments Ltd* з графітовою кюветою світлопоглинання шести приготованих розчинів.

Монохроматор налаштовують на довжину хвилі $\lambda=248,3$ нм (аналітична лінія Fe). Атомізацію здійснюють методом електротермії *.

Дослідження розпочинають з матричного розчину. Ін'єкційний об'єм проби має становити 90 мкл *. Спостережувану абсорбцію матричного розчину приймають за нульову. Для кожного розчину здійснюють від трьох до п'яти вимірювань. Якщо перші три значення для певного розчину незначно відрізняються між собою, то для них розраховують середнє арифметичне, яке наносять на графічну залежність величини абсорбції A від концентрації. Якщо перші три значення для певного розчину сильно відрізняються між собою, то здійснюють два додаткові вимірювання. Із п'яти значень відкидають найменше та найбільше, а з решти трьох розраховують середнє арифметичне та наносять на градуювальний графік. З метою перевірки правильності одержуваних значень можна звернутись до кількох «реперних» точок. Наприклад, для проби об'ємом 90 мкл з концентрацією заліза 0,5 мкг/л величина абсорбції має бути близькою до 0,20, а з 1,0 мкг/л ~0,38*. Атомізацію всіх проб здійснюють згідно інструкції до приладу Aurora Instruments Ltd*: швидкість подачі інертного газу на всіх етапах нагрівання зразків складає 2 л/хв., а абсорбція проби вимірюється тільки при температурі 2300°C.

4. За експериментально одержаними точками будують градуювальний графік $A=f(C)$ з урахуванням середньоквадратичного відхилення. У обраному інтервалі 0–2,5 мкг/л повинна спостерігатись прямолінійна залежність. Виводять рівняння для даної прямої. Рівняння є добре застосовним, якщо його індекс детермінації $R^2 \geq 0,99$.

5. Невеликий об'єм (до 10 мл) досліджуваної термальної води природного походження піддають фільтрації та поміщають у спеціальну віалу. З віали, за допомогою програмованого дозатора, відбирається проба об'ємом 90 мкл, яка аналізується на атомно-абсорбційному спектрометрі. Якщо величина спостережуваної абсорбції вища за 1,0, то пробу вихідного розчину додатково розбавляють. У робочому журналі обов'язково відмічають кратність такого розділення. Далі за спостережуваною величиною абсорбції на градуювальному графіку визначають концентрацію іонів заліза. Дещо точніше можна розрахувати кількість заліза за одержаним у пункті 4 рівнянням прямої.

Потім одержаний результат зазначають у висновку до даної лабораторної роботи.

Примітка*. AI 1200: Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer, Cookbook 2, Aurora Instruments Ltd, Vancouver (n.d.).

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Яка роль ламп з порожнистим катодом у атомно-абсорбційній спектрометрії?
2. Чому графітову кювету в методі AAC продувається високочистимargonом?
3. Які переваги та недоліки застосування методу градуювального графіка?
4. При якій температурі вимірюється світлопоглинання атомізованої пари заліза?
5. Які фактори здатні змінити прямолінійну залежність величини абсорбції від концентрації для залізовмісних розчинів?

Тема 9.

Технології обробки закарпатських мінералів для застосувань у різних сферах виробництва

Програмні питання

1. Основні види та родовища мінеральної сировини Закарпаття.
2. Перспективні напрямки розвитку виробництв на основі закарпатських мінеральних ресурсів.
3. Дослідження фізико-хімічних властивостей природних мінералів Закарпатського регіону.
4. Основні етапи обробки мінералів.
5. Перспективи нарощення добування мінеральної сировини в Закарпатській області.

Лабораторна робота №9 **«Дослідження процесу дегідратації кристалогідратного мінералу»**

Мета роботи: засвоїти методику експериментального дослідження процесу дегідратації закарпатського природного цеоліту різних родовищ при різних умовах термічної обробки.

Матеріали та обладнання: недегідратований цеоліт Закарпатського регіону (або інший кристалогідратний мінерал), фарфорові чашки, муфельна піч, лабораторні ваги.

Методика даної роботи розроблена на основі відомостей із джерел [5, 10].

Хід виконання роботи

1. Зважити на електронних вагах з точністю до $\pm 0,001$ г фарфорову чашку з позначкою №1. Записати результат в робочий журнал. Обнулити покази на електронних вагах, не знімаючи чашку. Помістити в неї наважку (до 10 г) закарпатського цеоліту. Зважити масу досліджуваної речовини в чашці. Записати результат в робочий журнал.

2. Повторити роботу за першим пунктом для двох наступних чашок з цеолітом під номерами №2 і №3.

3. Помістити всі три чашки в нагріту до 120°C муфельну піч. Через одну годину вийняти з печі чашку №1, охолодити її на повітрі до кімнатної температури та зважити. Отримати від керівника заняття точну емпіричну формулу вихідного цеоліту, розрахувати для нього молярну масу M . За різницею мас зразка розрахувати кількість втраченої зразком води. При цьому користуватись наведеним співвідношенням:

$$\frac{10,000}{M} = \frac{g}{x}$$

де

g – залишкова маса зразка після термообробки,

x – молярна маса дегідратованого зразка.

Розрахувати величину x з точністю до 0,01 моль. За різницею в молярних масах визначають кількість моль втраченої зразком води. Також розраховують масовий відсоток, на який зменшилась маса зразка. Занотувати в робочий журнал визначені величини внаслідок використаних температури та часу термообробки.

4. Через дві години термообробки вийняти з печі чашку №2, повторити для цього зразка дії згідно з пунктом 3.

5. Через три години вийняти з печі чашку №3, повторити для цього зразка дії згідно з пунктом 3. Порівняти вплив тривалості ізотермічної обробки на ступінь дегідратації досліджуваного цеоліту.

6. Підготувати три наступні чашки з позначками №4-№6. Повторити для них усі попередні дії, крім одної відмінності – температура ізотермічної обробки має складати 170°C.

7. Порівняти кількості втраченої зразком води внаслідок різних умов термообробки. Зробити висновки стосовно ступеня дегідратації цеоліту у залежності від використаних температур та часу термообробки.

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Наведіть кілька прикладів кристалогідратних мінералів, які зустрічаються в Закарпатській області.
2. Які цеоліти (дегідратовані або недегідратовані) більш ефективні в процесах газо- та нафтопереробки?
3. Чи можливо повністю дегідратувати цеоліт за температури 120°C?
4. Чим відрізняється ізотермічна обробка від політермічної?
5. Чи відрізняються між собою молекули води за силою хімічного зв'язку з базовою структурою кристалогідратного мінералу?

Тема 10.

Основи фізико-хімічного дослідження природних руд і мінералів

Програмні питання

1. Дослідження якісного та кількісного складу різних руд та мінералів закарпатських родовищ.
2. Термічні дослідження закарпатських мінералів.
3. Рентгенівські дослідження руд та мінералів Закарпаття.
4. ІЧ-спектроскопічні дослідження закарпатських мінералів.
5. Інші види спектрометричних досліджень руд та мінералів закарпатського походження.

Лабораторна робота №10

«Визначення вмісту іонів міді в поліметалевих рудах кольорових металів методом атомно-абсорбційної спектроскопії»

Мета роботи: навчитись визначати кількість іонів міді у рудах кольорових металів за допомогою атомно-абсорбційної спектроскопії.

Матеріали та обладнання: твердий зразок поліметалової руди (вміщуючий свинець, цинк, мідь) або природний сульфід міді; стандартний розчин міді в нітратній кислоті; матричний 0,1 % розчин HNO_3 ; деіонізована вода; атомно-абсорбційний спектрометр «Aurora Instruments Ltd»; графітові кювети; лампа з порожнистим мідним катодом; піпеки, мірні ковби та циліндри, віали; лабораторні ваги.

Поліметалеві руди, багаті на свинець, цинк і мідь, у промислових концентраціях зосереджені в чотирьох закарпатських родовищах: Берегівському, Біганському, Вижнівському та Рахівському. Мідна мінералізація, представлена мідними сульфідами, знаходиться на Малахітовому родовищі Тячівщини [13].

Методика даної роботи сформована на основі [5] та супровідного посібника до спектрометра «Aurora Instruments Ltd»*.

Хід виконання роботи

1. Готують (у разі його відсутності) стандартний розчин міді. Для цього 1 г металічної міді розчиняють у невеликій кількості нітратної кислоти. Потім розчин доводять до 1 л, одержуючи концентрацію міді 1 г/л або 1000 ппм/дм³ *.

2. Із стандартного розчину готують п'ять розчинів з концентраціями міді 20, 40, 60, 80 і 100 мкг/л (рекомендований діапазон для купрумвмісних розчинів з прямолінійною залежністю абсорбції від концентрації становить 0–100 мкг/л*). З цією метою стандартний розчин розводять деіонізованою водою. Також готують матричний 0,1 % розчин HNO_3 без вмісту іонів міді.

3. Вимірюють на атомно-абсорбційний спектрометрі Aurora Instruments Ltd* з графітовою кюветою світлопоглинання шести приготуваних розчинів. Монокроматор налаштовують на довжину хвилі $\lambda=324,8$ нм (аналітична лінія Cu). Атомізацію можна здійснити методом електротермії [17].

Дослідження розпочинають з матричного розчину. Ін'єкційний об'єм проби має становити 5 мкл*. Спостережувану абсорбцію матричного розчину приймають за нульову. Для кожного розчину здійснюють від трьох до п'яти вимірювань. Якщо перші три значення для певного розчину незначно відрізняються між собою, то для них розраховують середнє арифметичне, яке наносять на графічну залежність величини абсорбції A від концентрації. Якщо перші три значення для певного розчину сильно відрізняються між собою, то здійснюють два додаткові вимірювання. Із п'яти значень відкидають найменше та найбільше, а з решти трьох розраховують середнє арифметичне та наносять на градуювальний графік. З метою перевірки правильності одержуваних значень можна звернутись до кількох «реперних» точок. Наприклад, для проби об'ємом 5 мкл з концентрацією міді 20 мкг/л величина абсорбції має бути близькою до 0,11, а з 75 мкг/л – 0,40*. Атомізацію всіх проб здійснюють згідно інструкції до приладу Aurora Instruments Ltd*: швидкість подачі інертного газу на всіх етапах нагрівання зразків складає 2 л/хв, а абсорбція проби вимірюється тільки при температурі 2300°C.

4. За експериментально одержаними точками будують градуювальний графік $A=f(C)$ з урахуванням середньоквадратичного відхилення [17]. У обраному інтервалі 0–100 мкг/л має спостерігатись прямолінійна залежність. Виводять рівняння для даної прямої. Рівняння є добре застосовним, якщо спостережуваний індекс детермінації $R^2 \geq 0,99$.

5. Наважку до 1 г досліджуваного твердої руди готовують до аналізу згідно рекомендацій керівника заняття. Переведений у водний розчин зразок аналізують на атомно-абсорбційному спектрометрі. Якщо величина спостережуваної абсорбції вища за 0,5, то пробу вихідного розчину додатково розбавляють. У робочому журналі обов'язково відмічають кратність такого розведення. Далі за спостережуваною величиною абсорбції на градуювальному графіку визначають концентрацію іонів міді. Дещо точніше можна розрахувати кількість міді за одержаним у пункті 4 рівнянням прямої. За визначеною величиною розраховують вміст купруму у вихідній наважці руди.

Потім одержаний результат зазначають у висновку до даної лабораторної роботи.

Примітка*. AI 1200: Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer, Cookbook 2, Aurora Instruments Ltd, Vancouver (n.d.).

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Що називають стандартним розчином міді?
2. Яка лінія є аналітичною для міді?
3. У чому полягає суть методу електротермії?
4. Як будують градуювальний графік при визначенні міді в рідкій пробі?
5. У яких випадках досліджувана проба потребує додаткового розведення?

Тема 11.

Інші види перспективних регіональних ресурсів Закарпаття та шляхи їх ефективної переробки й використання

Програмні питання

1. Закарпатські руди кольорових та дорогоцінних металів.
2. Сировина для вапнування кислих ґрунтів.
3. Поклади галіту (NaCl) в Закарпатській області.
4. Сировина для мінеральних фарб на території Закарпаття.
5. Різні види каміння: будівельний, пилианий, облицювальний.
6. Будівельний пісок.
7. Вапняк для випалювання на вапно.
8. Керамзитова та перлітова сировина.
9. Інші види закарпатських ресурсів.

Лабораторна робота №11

«Визначення вмісту іонів цинку в закарпатському виноматеріалі домашнього та промислового виробництва методом атомно-абсорбційної спектроскопії»

Мета роботи: навчитись визначати кількість цинку в виноматеріалі за допомогою атомно-абсорбційної спектроскопії.

Матеріали та обладнання: закарпатський виноматеріал домашнього та промислового виробництва; стандартний розчин цинку в нітратній кислоті; матричний 0,1 % розчин HNO_3 ; деіонізована вода; атомно-абсорбційний спектрометр «Aurora Instruments Ltd»; графітові кювети; лампа з порожнистим цинковим катодом; піпеки, мірні ковби та циліндри, віали.

Протягом багатьох століть Закарпаття славиться успішним розвитком виноробства. Закарпатська область є виноградарським краєм, який приносить визнаний авторитет та економічну користь Україні на міжнародній арені [13].

Методика даної роботи сформована на основі [5] та супровідного посібника до спектрометра «Aurora Instruments Ltd»*.

Хід виконання роботи

1. Готують (у разі його відсутності) стандартний розчин цинку. Для цього 1 г металічного цинку розчиняють у невеликій кількості хлоридної кислоти. Потім об'єм доводять до 1 л однопроцентним (об'ємні відсотки) розчином HCl , одержуючи концентрацію цинку 1 г/л або 1000 ppm/dm^3 *.

2. Далі зі стандартного розчину готують п'ять розчинів з концентраціями цинку 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 і 4,0 $\mu\text{g}/\text{l}$ (рекомендований діапазон для цинквмісних розчинів об'ємом 10 μl з прямолінійною залежністю абсорбції від

концентрації становить 0–4 мкг/л*). З цією метою стандартний розчин розводять матричним розчином, яким є 0,1 % розчин HNO_3 без вмісту цинку.

3. Вимірюють на атомно-абсорбційний спектрометрі Aurora Instruments Ltd* з графітовою кюветою світлопоглинання шести приготованих розчинів. Монокроматор налаштовують на довжину хвилі $\lambda=213,9$ нм (аналітична лінія Zn). Атомізацію здійснюють методом електротермії*.

Дослідження розпочинають з матричного розчину. Ін'єкційний об'єм проби має становити 10 мкл *. Спостережувану абсорбцію матричного розчину приймають за нульову. Для кожного розчину здійснюють від трьох до п'яти вимірювань. Якщо перші три значення для певного розчину незначно відрізняються між собою, то для них розраховують середнє арифметичне, яке наносять на графічну залежність величини абсорбції A від концентрації. Якщо перші три значення для певного розчину сильно відрізняються між собою, то здійснюють два додаткові вимірювання. Із п'яти значень відкидають найменше та найбільше, а з решти трьох розраховують середнє арифметичне та наносять на градуувальний графік. З метою перевірки правильності одержуваних значень можна звернутись до кількох «реперних» точок. Наприклад, для проби об'ємом 10 мкл з концентрацією мангану 1,0 мкг/л величина абсорбції повинна бути близькою до 0,10, з 2,0 мкг/л – 0,20, а з 4,0 мкг/л – 0,40 *. Атомізацію всіх проб здійснюють згідно інструкції до приладу Aurora Instruments Ltd*: швидкість подачі інертного газу на всіх етапах нагрівання зразків складає 2 л/хв., а абсорбція проби вимірюється тільки при температурі 1900°C.

4. За експериментально одержаними точками будують градуувальний графік $A=f(C)$ з урахуванням середньоквадратичного відхилення. У обраному інтервалі 0–4 мкг/л повинна спостерігатись прямолінійна залежність. Виводять рівняння для даної прямої. Рівняння є добре застосовним, якщо спостережуваний індекс детермінації $R^2 \geq 0,99$.

5. Невеликий об'єм (до 10 мл) досліджуваного виноматеріалу домашнього виробництва піддають фільтрації та поміщають у спеціальну віалу. З віали, за допомогою програмованого дозатора, відбирається проба об'ємом 10 мкл, яка аналізується на атомно-абсорбційному спектрометрі. Якщо величина спостережуваної абсорбції вища за 0,4, то пробу вихідного розчину додатково розбавляють. У робочому журналі обов'язково відмічають кратність такого розведення. Далі за спостережуваною величиною абсорбції на градуувальному графіку визначають концентрацію іонів цинку. Дещо точніше можна розрахувати кількість цинку за одержаним у пункті 4 рівнянням прямої.

Потім одержаний результат зазначають у висновку до даної лабораторної роботи.

Примітка*. AI 1200: Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer, Cookbook 2, Aurora Instruments Ltd, Vancouver (n.d.).

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Що називають стандартним розчином цинку?
2. Яка лінія є аналітичною для цинку?
3. У чому полягає суть методу електротермії?
4. Як будують градуювальний графік при визначенні вмісту цинку в досліджуваній пробі?
5. У яких випадках досліджувана проба потребує додаткового розведення?

ВИКОРИСТАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Голуб Н.П., Козьма А.А., Дзямко В.М., Баренблат І.О. Методичні вказівки до лабораторного практикуму з курсу «Медична хімія» для студентів медичного факультету ОС «Магістр» (спеціальність 222 Медицина). Ужгород: *ПП Роман O.I.*, 2024. 136 с.
2. Гречановська О.Є. Мінералогія та умови утворення родовищ породоутворюючих цеолітів Закарпаття: *Автореф. дис. ... канд. геол. наук: 04.00.20, Інститут геохімії, мінералогії та рудоутворення ім. М.П. Семененка НАН України. Київ*, 2011.
3. Методичні вказівки до лабораторних занять з курсу "Загальна хімічна технологія" для здобувачів вищої освіти за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія. Уклад.: Іванченко Л.В., Кожухар В.Я., Шаповал І.В.; Нац. ун-т "Одеська політехніка". Одеса, 2022. 32 с.
4. Маланчук З.Р., Козяр В.О., Поліщук А.М. Механіка гірських порід. Лабораторний практикум. Навчальний посібник; Нац. ун-т водного господарства та природокористування. Рівне: *НУВГП*, 2016. 188 с.
5. Козьма А.А., Голуб Н.П. Методичні вказівки до лабораторного практикуму з курсу «Сучасний каталіз» для студентів ОС «Магістр» (спеціальність 102 Хімія). Ужгород: *ПП Роман O.I.*, 2024. 84 с.
6. Регіональна стратегія розвитку Закарпатської області на період 2021 – 2027 років (Затверджена рішенням обласної ради 20.12.2019 №1630, зі змінами, внесеними рішенням обласної ради від 01.10.2020 №1840) / Колектив авторів. 154 с. *Режим доступу:*
<https://carpathia.gov.ua/storage/app/sites/21/Economics/201001-1840p.pdf>
7. Голуб Є.О., Голуб Н.П., Гомонай В.І., Козьма А.А. Природний цеоліт як ефективний каталізатор глибокого окиснення компонентів природного газу // Геологія нафти і газу: Матеріали Всеукраїнської науково-практичної конференції студентів та аспірантів (м. Харків, 19-20 квітня 2018 р.). – Харків: ХНУ ім. В.Н. Каразіна, 2018. – С. 66-69.
8. Голуб Є.О., Голуб Н.П., Гомонай В.І., Козьма А.А. Глибоке окиснення природного газу на цеолітних каталізаторах // Актуальні проблеми науково-промислового комплексу регіонів: Матеріали IV Всеукраїнської науково-практичної конференції (м. Рубіжне 23-27 квітня 2018 р.). – Рубіжне: в-ць О. Зень, 2018. – С. 24-26.
9. Небесний Р.В. Наукові основи і технологія каталітичного одержання ненасичених карбонових кислот та естерів. *Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.17.04 «Технологія продуктів органічного синтезу»*. Національний університет “Львівська політехніка”, Львів, 2019, 373 с.
10. Breck D.W. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. New York, London, Sydney, Toronto: *John Wiley & Sons*, 1974. 772 p.
11. Nolze G., Kraus W. POWDERCELL 2.0 for Windows. *Powder Diffr.* 1998, 13(4), 255-259.

12. Holland T.J.B., Redfern S.A.T. UNITCELL: a nonlinear least-squares program for cell-parameter refinement and implementing regression and deletion diagnostics. *J. Appl. Crystallogr.* 1997, 30(1), 84.
13. Роман Л.Ю. Ресурси Закарпаття: навчальний посібник. Ужгород: Вид-во УжНУ «Говерла», 2023. 240 с.
14. Лісохімічне виробництво в Україні. Режим доступу: https://vue.gov.ua/Україна:_лісова,_деревообробна_та_целюлозно-паперова_промисловість
15. Новіцька О.В., Васянович О.М. Визначення ефективності сорбції стандартних розчинів мікотоксинів препаратом «Бетасорб». Режим доступу: <https://www.scivp.lviv.ua/wp-content/uploads/2021/09/32-1.pdf>
16. Чундак С.Ю., Роман Л.Ю., Ортікова В.В. Методи моніторингу об'єктів довкілля. Навч. посіб. з дисцип. «Моніторинг довкілля» для студентів хімічного факультету, напрямку підготовки 6.040106 – екологія, охорона навколишнього середовища та збалансоване природокористування, 6.101 – екологія. Ужгород: Вид-во УжНУ «Говерла», 2018. 124 с.
17. Kozma A., Golub N., Golub Ye., Sidey V., Solomon A., Kuznetsova A., Herneshii Ya. Thermodynamic and thermochemical properties of Cu₃(PO₄)₂·3H₂O. *Chemija*, 2023, 34(1), 19-31.

Навчальне видання

Козьма Антон Антонович
Голуб Неля Петрівна

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ
ЗІ СПЕЦКУРСУ
«ВИРОБНИЧИЙ ПОТЕНЦІАЛ ЗАКАРПАТТЯ
НА ОСНОВІ ПРИРОДНИХ СОРБЕНТІВ
ТА РЕГІОНАЛЬНОЇ СИРОВИНІ»
для студентів ОС «Магістр»
(спеціальність 101 Екологія)

Підписано до друку 27.06.2024 р. Формат 60x90/16
Папір друкарський. Друк різографічний.
Наклад 100 прим.

Розтиражовано з готових оригінал-макетів
ПП Роман О.І.
м. Ужгород, пл. Ш.Петефі, 34/1
Тел.: 050 977 16 56