

**НАЦІОНАЛЬНИЙ АВІАЦІЙНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
КАФЕДРА ХІМІЇ І ХІМІЧНОЇ ТЕХНОЛОГІЇ**

**КУРС ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ  
З ДИСЦИПЛІНИ  
«МЕТОДОЛОГІЯ  
ІДЕНТИФІКАЦІЇ ХІМІЧНИХ  
ЗМІН У ПАЛИВНО-  
МАСТИЛЬНИХ МАТЕРІАЛАХ»**

К.т.н., доц. Спаська Олена Анатоліївна  
3.11.2023

# МОДУЛЬ 1. «МЕТОДОЛОГІЯ ІДЕНТИФІКАЦІЇ ХІМІЧНИХ ЗМІН У ПАЛИВНО-МАСТИЛЬНИХ МАТЕРІАЛАХ».

## Інтегровані вимоги:

демонструвати системний науковий світогляд, уміння креативно мислити, формулювати висновки і розробляти рекомендації, пропонувати неординарні підходи з використанням новітніх технологій у розв'язанні поставлених завдань.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

### ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ БЕНЗОЛУ, ТОЛУОЛУ, КСИЛОЛУ, БУТАНОЛУ, АЦЕТОНУ, ІЗОАМІЛАЦЕТАТУ ТА ІНШИХ ЛЕТКИХ ОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН В ПРОМИСЛОВИХ ВИКИДАХ ТА ПОВІТРІ САНІТАРНО-ЗАХИСНОЇ ЗОНИ МЕТОДОМ ГАЗО-РІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Дана методика призначена для визначення концентрації летких органічних речовин в промислових викидах та повітрі санітарнозахисної зони. Аналіз проб повітря проводиться методом газо-рідинної хроматографії на хроматографі типу ЛХМ-80 з полум'яно-іонізаційним детектором. Кількісний аналіз виконується з використанням абсолютної калібровки за висотами піків. Методика дозволяє визначати стирол, ацетон, толуол, трихлоретилен, ізоамілацетат, ізопропіловий спирт, етилацетат, бутанол, ксилол, бензин, етиловий спирт за їх концентрацій в повітрі вище, ніж  $2 \dots 6 \text{ мг/м}^3$  з максимальною відносною похибкою 25 %.

#### *Апаратура, матеріали та реактиви*

- 1). Хроматограф газовий ЛХМ-80 з полум'яно-іонізаційним детектором.
- 2). Газові піпетки об'ємом 250 та 500 мл для відбору проб по вітря.
- 3). Мікрошприци об'ємом 1 та 10 мкл.
- 4). Шприци типу «Рекорд» об'ємом (1,5 або 2) та 10 мл.
- 5). Вимірвальна лінійка з точністю 1 мм, секундомір.
- 6). Хроматографічна колонка з нержавіючої сталі довжиною 2 м, діаметром 4 мм, заповнена сорбентом Chromaton-N-Super з на несеною рідкою фазою ХЕ-60 в кількості 3% від маси сорбенту.
- 7). Газ-носій, газ для роботи детектора- водень, розхід якого - 30 мл/хв, вхідний тиск - 0,4 МПа ( 4 атм) надлишкових.
- 8). Стиснуте повітря для роботи детектора. Тиск повітря: на вході в хроматограф - 0,2 МПа, після регулювання в блоці підготовки газів - 0,1 МПа. Витрата повітря - 300 мл/хв.
- 9). Скляна ємність на 20 л з точно встановленим об'ємом, обладнана закруткою з гумовою прокладкою та тефлоновими пластинками розміром (5-10)×2×0,2 см у кількості 5...10 шт. для перемішування під час приготування калібрувальних сумішей.
- 10). Визначувані леткі органічні речовини кваліфікації «ХЧ» або «ЧДА» для приготування калібрувальних сумішей з повітрям.

**ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2**  
**ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН В ПРОМИСЛОВИХ СТИЧНИХ**  
**ВОДАХ**  
**МЕТОДОМ ГАЗО-РІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ**

Методика призначена для визначення концентрації органічних речовин в промислових стічних водах, а саме спиртів, фенолів, амінів, вуглеводнів, простих та складних ефірів.

Аналіз проб води проводиться методом газо-рідинної хроматографії на хроматографі типу ЛХМ-80 з полум'яно-іонізаційним детектором. Органічні речовини попередньо екстрагуються з води диетиловим ефіром або етилацетатом. Кількісний аналіз виконується з використанням методу внутрішнього стандарту або внутрішньої нормалізації. Методика дозволяє визначати органічні речовини за концентрації їх в воді вищій від 0,05...0,2 мг/л, а при використанні способу концентрування – на порядок меншим. Максимальна відносна похибка даної методики – 25 %.

***Апаратура, матеріали та реактиви***

- 1). Хроматограф газовий ЛХМ-80 з полум'яно-іонізаційним детектором.
- 2). Мірна колба на 0,5 - 1,0 л.
- 3). Мікрошприци об'ємом 1 та 10 мкл.
- 4). Ділильна лійка на 0,1 - 1 л.
- 5). Вимірвальна лінійка з точністю 1 мм, секундомір.
- 6). Хроматографічна колонка з нержавіючої сталі довжиною 2 м, діаметром 4 мм, заповнена сорбентом Chromaton-N-Super з нанесеною рідкою фазою ХЕ-60 у кількості 3% від маси сорбенту.
- 7). Газ-носій, газ для роботи детектора – водень, для якого витрата – 30 мл/хв, вхідний тиск- 0,4 МПа (4 атм) надлишкових.
- 8). Стиснуте повітря для роботи детектора. Тиск повітря: на вході в хроматограф-0,2 МПа, після регулювання в блоці підготовки газів - 0,1 МПа. Витрата повітря - 300 мл/хв.
- 9). Диетиловий ефір або етилацетат.
- 10). Визначувані органічні речовини кваліфікації «х.ч.» або «ч.д.а.» для приготування калібрувальних сумішей:  
циклогексанол ( $t_{\text{кип}} = 161,1 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $d^{20} = 0,9416$ );  
н-октано́л ( $t_{\text{кип}} = 195,1 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $d^{20} = 0,8246$ )

**ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3.**

**РОЗДІЛЕННЯ КАТІОНІВ ТРЕТЬОЇ ТА ЧЕТВЕРТОЇ АНАЛІТИЧНИХ**  
**ГРУП МЕТОДОМ ПАПЕРОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ**

Методика призначена для розділення як органічних, так і неорганічних сполук за одним із найпростіших видів хроматографії, що не потребує складної апаратури – паперовою хроматографією. Розділення речовин відбувається внаслідок їх розподілу між волокнами целюлози і рухомою фазою – розчинником.

У нерухомій фазі речовина може утримуватися завдяки: розчиненню в адсорбованій папером воді; адсорбції на папері; іонообмінному механізму, бо целюлоза може частково окиснюватись.

### *Апаратура, матеріали та реактиви*

дві кришки або дві основи чашок Петрі;  
паперові фільтри діаметром 12-15 см;  
суміш ацетону та соляної кислоти (2 моль/л) 7:1;  
розчини солей металів, наведених в табл. 1;  
допоміжні реагенти та реагенти-проявники:  $\text{NH}_4\text{SCN}$  в аміловому спирті;  
 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ;  $\text{Na}_2\text{S}$ ; бензидин; диметилгліоксим; 1-нітросо-2-нафтол; рубановоднева кислота; алізарин; дифенілкарбазон; тиосечовина;  $\text{KI}$ ;  $\text{SnCl}_2$ ;  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;  $\text{NH}_4\text{OH}$ ;  $\text{AgNO}_3$ ;  $\text{NaOH}$ ;  $\text{CsNO}_3$ .

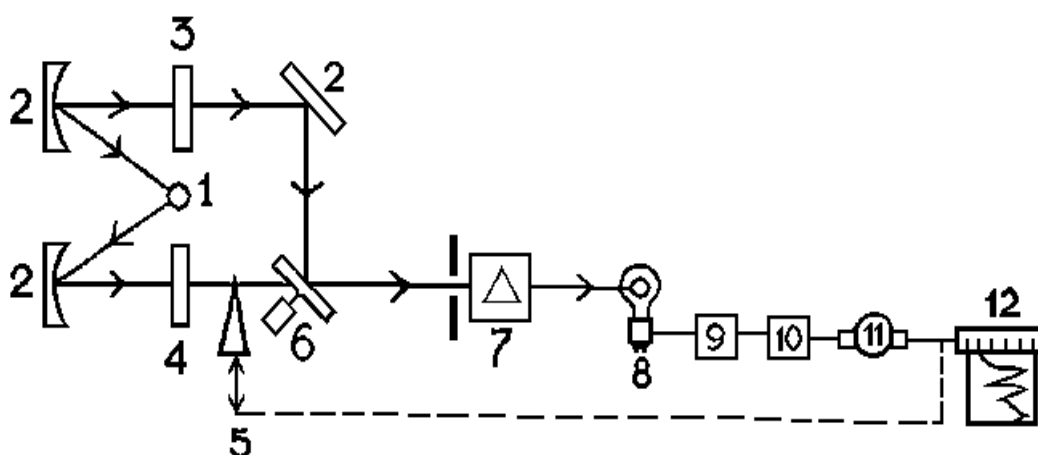
### **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4. ВИЗНАЧЕННЯ СПЛУКЗА МЕТОДОМ ІНФРАЧЕРВОНОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ.**

Метод інфрачервоної спектроскопії (ІЧС) дозволяє вирішувати завдання з проведення аналізу речовин і робити висновки про будову молекул в органічній хімії та хімії високомолекулярних сполук, для встановлення структури молекул чи наявності функціональних груп, ідентифікації речовин в наукових лабораторіях та під час контролю хімічних виробництв. Характеристика хімічних сполук базується на отриманні інфрачервоних спектрів. Метод ІЧС використовується для вивчення речовин найрізноманітнішої природи. Цим методом можна досліджувати газоподібні, рідкі і тверді речовини

### **ПРИЛАДИ, ЩО ВИКОРИСТОВУЮТЬСЯ В ІЧ СПЕКТРОСКОПІЇ**

Інфрачервона область спектра займає діапазон довжин хвиль від межі видимої до мікрохвильової області, тобто від 750 до 106 нм. Під інфрачервоною областю мають на увазі більш вузький інтервал  $2,5 \cdot 10^3 - 2,5 \cdot 10^4$  нм. Більш короткохвильову (750 -  $2,6 \cdot 10^3$  нм) та довгохвильову ( $2,5 \cdot 10^4 - 10^6$  нм) ділянки спектру під назвами ближньої та дальньої інфрачервоних областей.

В ІЧ спектроскопії використовуються прилади різного ступеню складності: ІКС-14, ІКС-22, ІКС-29, MR-10, MR-20, Spесord-80 та ін. Блок-схема двопробеневого ІЧ спектрофотометра (нульовий метод) наведено на рисунку:



Світловий потік від джерела випромінювання 1 розділяється на два промені: робочий потік, який проходить через зразок 3, і потік, що проходить через кювету порівняння 4. Обидва потоки проходять через модулятор б і по черзі прямують на вхідну щілину монохроматора 7, розкладаються призмою або дифракційною ґраткою спектрометра і збираються термо- або фотоприймачем 8; в якому, якщо енергії потоків не рівні, виникає змінний електричний сигнал. Цей сигнал перетворюється підсилювачем 9, випрямлячем 10 і за допомогою двигуна 11 приводить в рух фотометричну систему 5 (діафрагму, клин), що екранує потік порівняння доти, поки його інтенсивність не стане рівною інтенсивності робочого потоку. Фотометрична система зв'язана з пером самописця 12, який реєструє спектральну криву поглинання в координатах:

$$T = f(\nu).$$

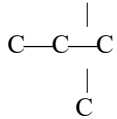
Оптика приладів, призми, кювети для зразків виготовляються з матеріалів, які не поглинають випромінювання, що на них потрапляє, сильніше, порівняно з досліджуваними зразками. Цій умові відповідають кристали таких солей, як NaCl, KBr, CsI, LiF, CaF<sub>2</sub>.

Приблизний діапазон-роботи призм за хвильовими числами, см<sup>-1</sup>:

Скло Ф1	13300-3800
LiF	5000-1800
NaCl	2000-650
KBr	700-400

**Таблиця характеристичних частот в інфрачервоних спектрах органічних сполук**

Група атомів	Смуга, см <sup>-1</sup>	Віднесення	Примітки
1	2	3	4
<u>Алкани</u>			
-CH <sub>3</sub>	2960	$\nu_{as}$ C-H	(С), із збільшенням кількості -CH <sub>3</sub> груп інтенсивність збільшується слабо
	2870	$\nu_s$ C-H	(Ср)
	1460	$\delta_{as}$ C-H	(Ср)
	1380 – 1370	$\delta_s$	дублем в гем-диметильних групах
-CH <sub>2</sub> -	2926	$\nu_{as}$ C-H	інтенсивність із збільшенням -CH <sub>2</sub> -груп збільшується помітно
	2850	$\nu_s$ C-H	
	1470	Ножничні деформаційні коливання накладаються на -CH <sub>3</sub>	
	1470-1350	$\delta$ C-H	малохарактеристичні
	1300	Віальні $\omega$ і крутильні $\tau$ деформаційні коливання, малохарактеристичні і слабо інтенсивні	
	790-720	Маятникові деформаційні коливання, розміщення полоси залежить від довжини вуглецевого ланцюга	
	790-770	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
	743-734	-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	
725-720	-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		
-CH-	2890	$\nu$ C-H	слабкої інтенсивності, перекриваються з $\nu_s$ і $\nu_{as}$ , для ідентифікації не використовуються
Коливання скелету	1100-700	$\nu$ C-C	
	500	$\delta$ C-C	
CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -	3000-2710	$\nu$ C-H	у вигляді триплету
(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CH-	1170;1145	$\nu$ C-C	(Сл), скелетні
(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C-	1255;1210	$\nu$ C-C	(Сл), скелетні
C			

	1215;1195	$\nu$ C-C	скелетні
<u>Алкени</u>			
=CH <sub>2</sub>	3095-3075	$\nu_{as}$ C-H	Полоси, вище 3000 см <sup>-1</sup> вказують на присутність ненасиченої =CH- (алкани, ненасичені сполуки)
	2975	$\nu_s$ C-H	Перекривається поглинанням алканів
=CHR	3040-3010	$\nu$ C-H	
=CH	3095-3010	$\nu$ C-H	Розміщення полоси залежить від ступеню заміщення атомів H
RCH=CH <sub>2</sub>	1648-1638	$\nu$ C=C	(Cp)
RR <sub>1</sub> C=CH <sub>2</sub>	1658-1648	$\nu$ C=C	(Cp)
RCH=CHR (цис)	1662-1652	$\nu$ C=C	(Cp), інтенсивність більша, ніж у транс-ізомеру
	750-760	$\delta$ C-H	
RCH=CHR (транс)	1678-1668	$\nu$ C=C	
	970-960	$\delta$ C-H	
HC=CH	1000-800	Деформаційні коливання ланцюга. Розміщення полоси поглинання залежить від будови алкenu	
1	2	3	4
Спряжені дієнові системи	1600-1500	$\nu_s$ C=C	При введенні алкільних замісників значення $\nu$ C=C підвищуються
	1650-1620	$\nu_{as}$ C=C	
<u>Алкини</u>			
$\equiv$ CH	3330-3260 642-615	$\nu$ C-H $\delta$ C-H	помірної інтенсивності
RCH $\equiv$ CHR	2140-2100	$\nu$ C $\equiv$ C	
RCH $\equiv$ CHR'	2260-2190	$\nu$ C $\equiv$ C	
<u>Ароматичні сполуки</u>			
-CH	3100-3020	$\nu$ C-H	група полос поглинання середньої інтенсивності
-C=C-	1600-1500	$\nu$ C=C	коливання бензольного ядра у вигляді декількох полос поглинання: 1600 см <sup>-1</sup> - інтенсивна; 1580 см <sup>-1</sup> - інтенсивна, якщо ядро спряжене з ненасиченою групою; 1500 см <sup>-1</sup> - інтенсивна; 1450 см <sup>-1</sup> - з'являється не завжди
-CH	900-650	$\delta$ C-H	одна або дві полоси. Кількість полос та їх розміщення залежать від ступеню заміщеності бензольного ядра і взаємного розміщення замісників
	671 770-730; 710-690 770-735; 810-750	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Монозамі- щені Дизаміщені: орто-	

	710-690 840-810	мета- пара-	
<u>Спирти, феноли</u>			
H <sub>2</sub> O	3760	$\nu$ O-H	
Первинні -OH	3640	$\nu$ O-H	
	1050	$\delta$ O-H	
Вторинні -OH	3630	$\nu$ O-H	
	1100	$\delta$ O-H	
Третинні -OH	3620	$\nu$ O-H	
	1150	$\delta$ O-H	
Фенол O-H	3610	$\nu$ O-H	
	1200	$\delta$ O-H	
<u>Водневі зв'язки</u>			
Димери	3550-3450	Різка полоса	
Полімери	3400-3200	Широка інтенсивна полоса	
Внутрішньо- молекулярний	3590-3420	Вузька полоса	
C-O	1350-1260	$\nu$ C-O	первинна
C-O	1350-1260	$\nu$ C-O	вторинна
C-O	1410-1310	$\nu$ C-O	третинна
C-O	1410-1310	$\nu$ C-O	феноли
1	2	3	4
<u>Прості ефіри</u>			
-C-O-	1200-1000	$\nu$ C-O	
Аліфатичні і циклічні	1150-1060	$\nu_{as}$ C-O	
Ароматичні і вінілові -O-CH <sub>3</sub>	1150-1060	$\nu_{as} =C-O$	
Аліфатичні -O-CH <sub>3</sub>	2830-2815	$\nu_s$ C-H	
Ароматичні	2850	$\nu_s$ C-H	
-O-CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	2990-2970	$\nu_s$ C-H	Поглинання в області 2830-2815 см <sup>-1</sup> відсутнє
--(H)C—C(H)-- \  / O	3050-2990	$\nu$ C-H	
-C=C(H)-O-C-	3150-3050	$\nu$ C-H	
<u>Карбонільні сполуки</u> (альдегіди, кетони, карбонові кислоти, ангідриди, гідразиди)			
C=O	1590-1690	$\nu$ C=O	інтенсивна полоса
Альдегіди H <sub>2</sub> C=O	1745	$\nu$ C=O	
RCH=O	1740-1720	$\nu$ C=O	
Кетони	1725-1705	$\nu$ C=O	
Карбонові кислоти	1760 3550 3000-2500 1400-1200	$\nu$ C=O $\nu$ O-H $\nu$ O-H $\nu$ C=O $\delta$ O-H $\delta$ O-H	мономер димер (група полос) інтенсивні полоси поглинання (Cp) плоскі (Cp) неплоскі

Ar-COOH	1690	$\nu$ C=O	
Солі карбоно-вих кислот	1680-1610	$\nu_{as}$ і $\nu_s$ C=O	
Складні ефіри	1750-1735 1300-1050	$\nu$ C=O $\nu_{as}$ і $\nu_s$ C-O-C	(Cr) $\nu_{as}$ більш інтенсивна
Ангідриди кислот -C(O)-O-C(O)-	1820,1760 1300-1050	$\nu$ C=O $\nu$ C=O	дві полоси різної інтенсивності одна чи дві інтенсивні полоси
Галоген-ангідриди	1815-1770	$\nu$ C=O	
Аміди кислот: вільні асоційовані	1690 1640	$\nu$ C=O $\nu$ C=O	
-C(O)-NH <sub>2</sub>	1640,1620 1590 3500,3360 3400,3180	$\nu$ C=O $\delta$ N-H $\nu$ N-H $\nu$ N-H	I-ша амідна полоса II-га амідна полоса
-C(O)-NHR	1680,1655 1530,1550	$\nu$ C=O $\delta$ N-H	I-ша амідна полоса II-га амідна полоса
-C(O)-NR <sub>2</sub>	1650	$\nu$ C=O	I-ша амідна полоса II-га амідна полоса відсутня

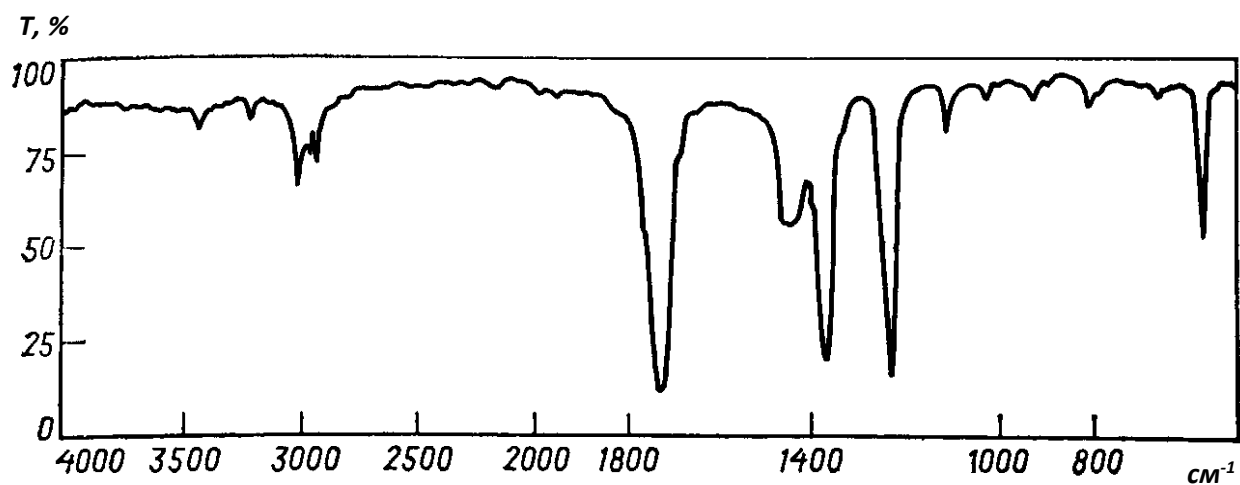
1	2	3	4
<u>Аміни</u>			
RNH <sub>2</sub>	≈3500 1230-1020 1640-1560 900-650	$\nu_{as}$ N-H $\nu$ C-N $\delta$ N-H $\delta$ N-H	(Cr) (Cr) (Cr), неплоскі
R <sub>2</sub> NH	3350-3310 1230-1020 1580-1490	$\nu$ N-H $\nu$ C <sub>алк</sub> -N $\delta$ N-H	(Cl) (Cr) (Cl)
R <sub>3</sub> N	1230-1020	$\nu$ C-N	Відсутні полоси $\nu$ N-H і $\delta$ N-H
ArNH <sub>2</sub>	≈3400 1640-1560 900-650 1360-1250 1280-1180	$\nu_s$ N-H $\delta$ N-H $\delta$ N-H $\nu$ C-N $\nu$ C-N	(Cr) плоскі, (Cr) неплоскі, широка полоса (C) (Cr)
ArNHR	3450 1640-1560 900-650 1360-1250 1280-1180	$\nu$ N-H $\delta$ N-H $\delta$ N-H $\nu$ C <sub>ар</sub> -N $\nu$ C <sub>ар</sub> -N	(Cr) плоскі, (Cr) неплоскі, широка полоса (C) (Cr)
ArNR <sub>2</sub>	1360-1250 1280-1180	$\nu$ C <sub>ар</sub> -N $\nu$ C <sub>ар</sub> -N	(C) (Cr)
>C=NH	3400-3300  1690-1640	$\nu$ N-H  $\nu$ C-N	Полоса C=N розміщена при 1690-1640 см <sup>-1</sup>
<u>Солі амінів</u>			
-NH <sub>3</sub> <sup>+</sup>	≈3000  1600-1575	$\nu_{as}$ $\nu_s$ N-H <sup>+</sup>  $\delta_{as}$ NH <sub>3</sub> , $\delta_s$ NH <sub>3</sub> <sup>+</sup>	широка інтенсивна полоса (т.зв. "амонійна"). Перекривається з $\nu$ C-N дві інтенсивні полоси



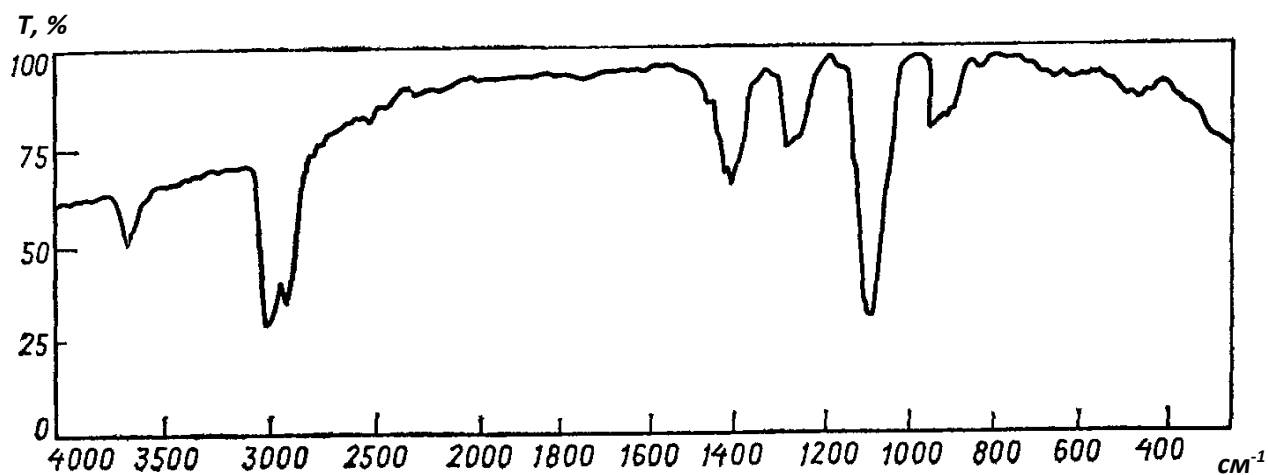
$>NH_2^+$	2700-2250 1600-1575	$\nu_{as}$ і $\nu_s$ N-H $\delta NH_2^+$	(C) амонійна полоса - одна широка або група вузьких полос  (Ср)
$\equiv NH^+$	2700-2250	$\nu$ N-H $\delta$ N-H	(C), амонійна полоса- одна широка або група полос, чітко відділяється від $\nu$ C-H (Сл) не ідентифікується
$>N<$	не дає характеристичних полос поглинання		
<u>Нітрили, ізонітрили</u>			
R-C $\equiv$ N	2260-2215	$\nu$ C $\equiv$ N	(C)
=C-C $\equiv$ N, Ar-C $\equiv$ N	2240-2210	$\nu$ C $\equiv$ N	
R-N $\equiv$ C <sup>+</sup> -	2185-2120	$\nu$ N $\equiv$ C <sup>+</sup> -	(C)
<u>Нітросполуки</u>			
R-NO <sub>2</sub>	1567-1550 1379-1368	$\nu_{as}$ NO <sub>2</sub> $\nu_s$ NO <sub>2</sub>	
Ar- NO <sub>2</sub>	1548-1520 1360-1344	$\nu_{as}$ NO <sub>2</sub> $\nu_s$ NO <sub>2</sub>	

1	2	3	4
<u>Сірковмісні сполуки</u>			
-SH	2600-2550	$\nu$ S-H	
S=O	900-700 1200-1040	$\nu$ S=O $\nu$ S=O	
SO <sub>2</sub>	1400-1310 1230-1120	$\nu$ SO <sub>2</sub> $\nu$ SO <sub>2</sub>	
R-S=O	1060-1040	$\nu$ S=O	
R-SO-OH	≈1090	$\nu$ S=O	
Сульфони R-SO <sub>2</sub> -R'	1350-1310 1160-1120	$\nu_{as}$ SO <sub>2</sub> $\nu_s$ SO <sub>2</sub>	
Сульфокислоти R-SO <sub>2</sub> -OH	1260-1150 1080-1010	$\nu_{as}$ SO <sub>2</sub> $\nu_s$ SO <sub>2</sub>	
Сульфонати R-SO <sub>2</sub> -OR'	1420-1330 1200-1145	$\nu_{as}$ SO <sub>2</sub> $\nu_s$ SO <sub>2</sub>	
<u>Інші сполуки</u>			
P-H	2440-2350		Вузька полоса
PH <sub>3</sub>	2327 2421	$\nu_s$ $\nu_{as}$	
P-O-C <sub>АЛК</sub>	1050-995	$\nu$ C-O	(C)
P-O-C <sub>АРИЛ</sub>	1240-1190	$\nu$ C-O	(C)
C-Cl	850-550	$\nu$ C-Cl	(C)
C-Br	690-515	$\nu$ C-Br	(C)
C-I	600-500	$\nu$ C-I	(C)

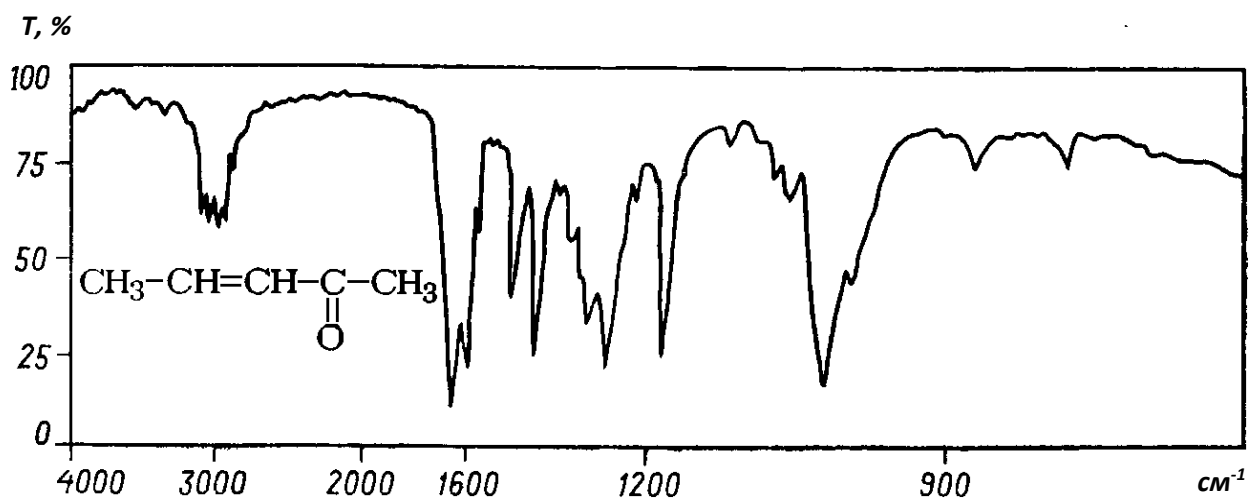
Задача № 1. Визначте структуру сполуки  $C_3H_6O$  :



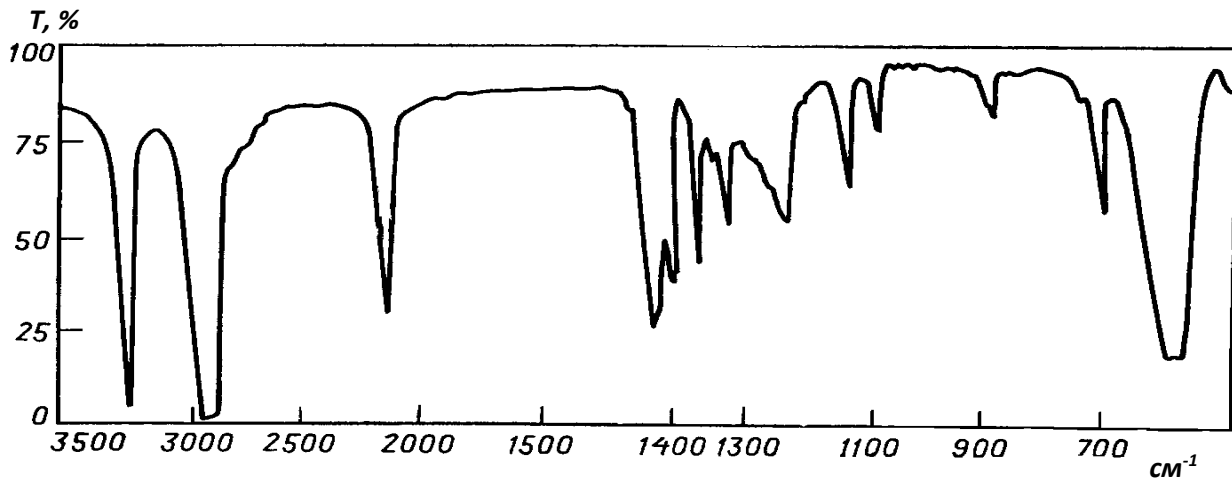
Задача № 2. Визначте структуру сполуки  $C_2H_6O$  :



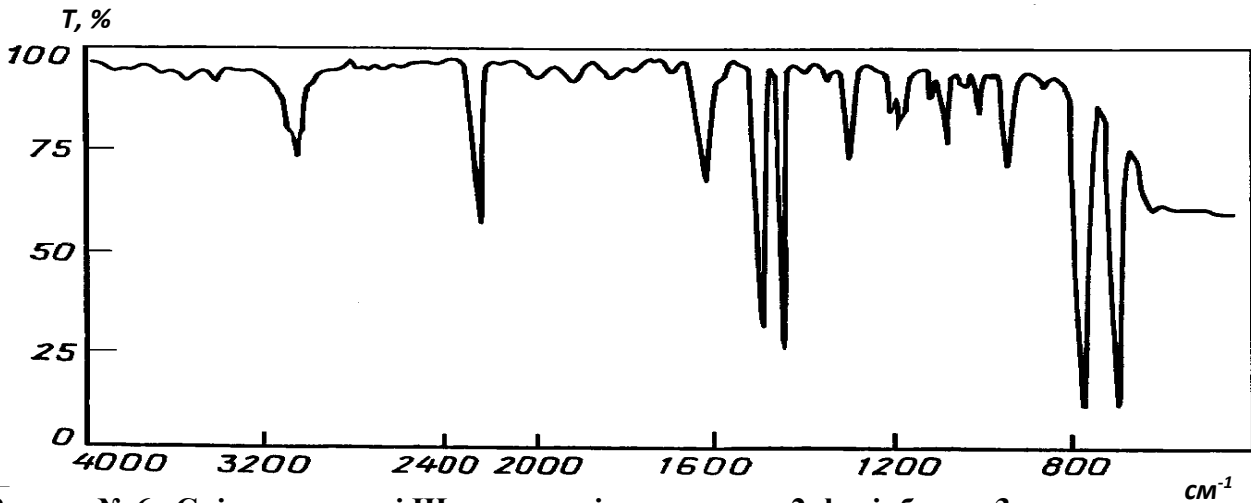
Задача № 3. Проведіть віднесення смуг поглинання в спектрі пентан-3-ону:



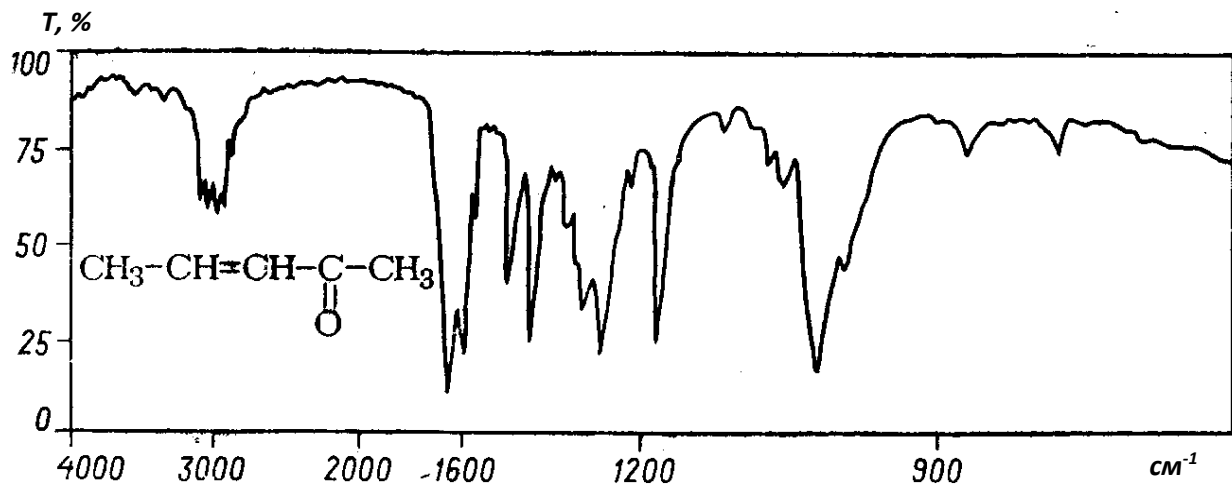
Задача № 4. Визначте будову вуглеводню з лінійним ланцюгом  $C_8H_{14}$  :



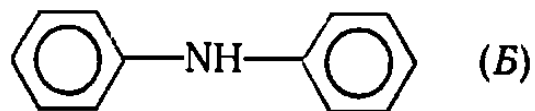
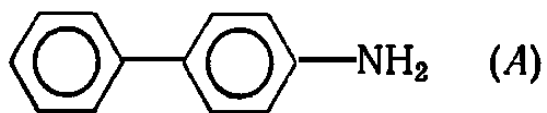
Задача № 5. Визначте структуру сполуки  $C_7H_5$  :



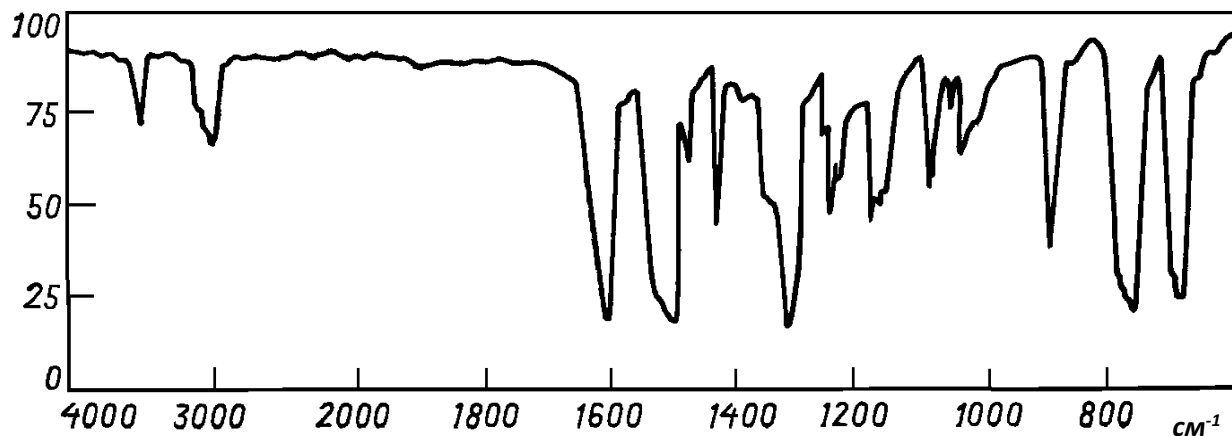
Задача № 6. Співставте дані ІЧ-спектру зі структурою 2-фенілбутин-3-олу:



Задача № 7. Якій зі сполук – А чи Б належить зображений на рисунку спектр?

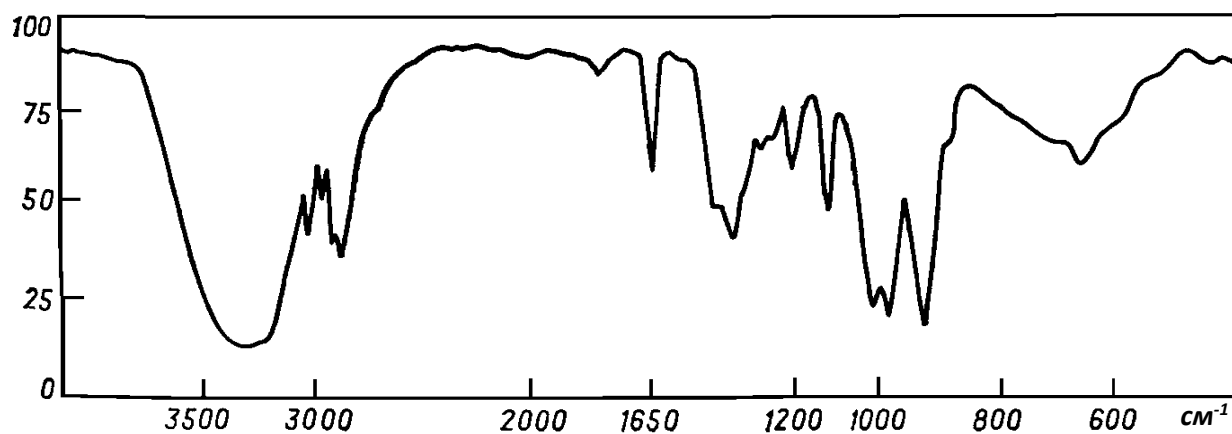


T, %



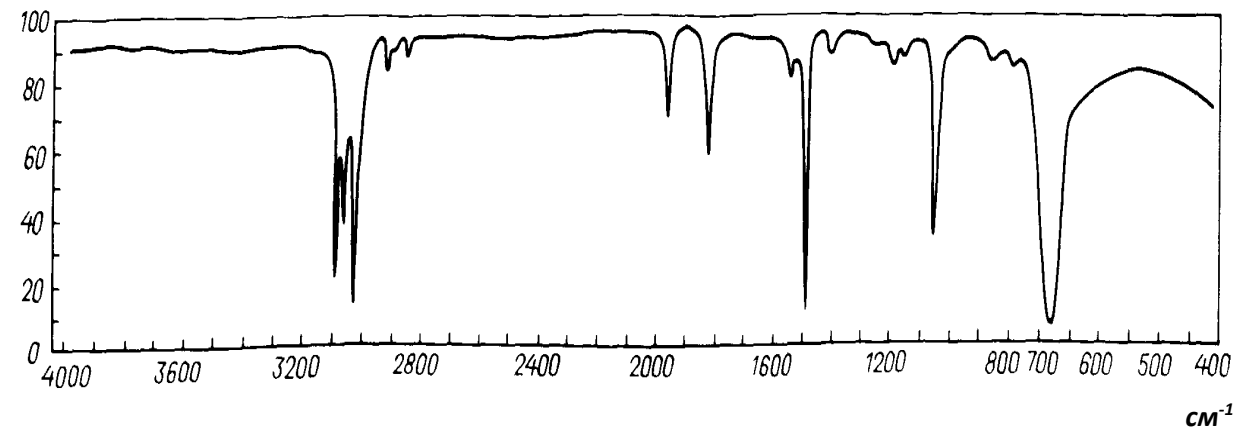
Задача № 8. Визначте структуру сполуки C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O :

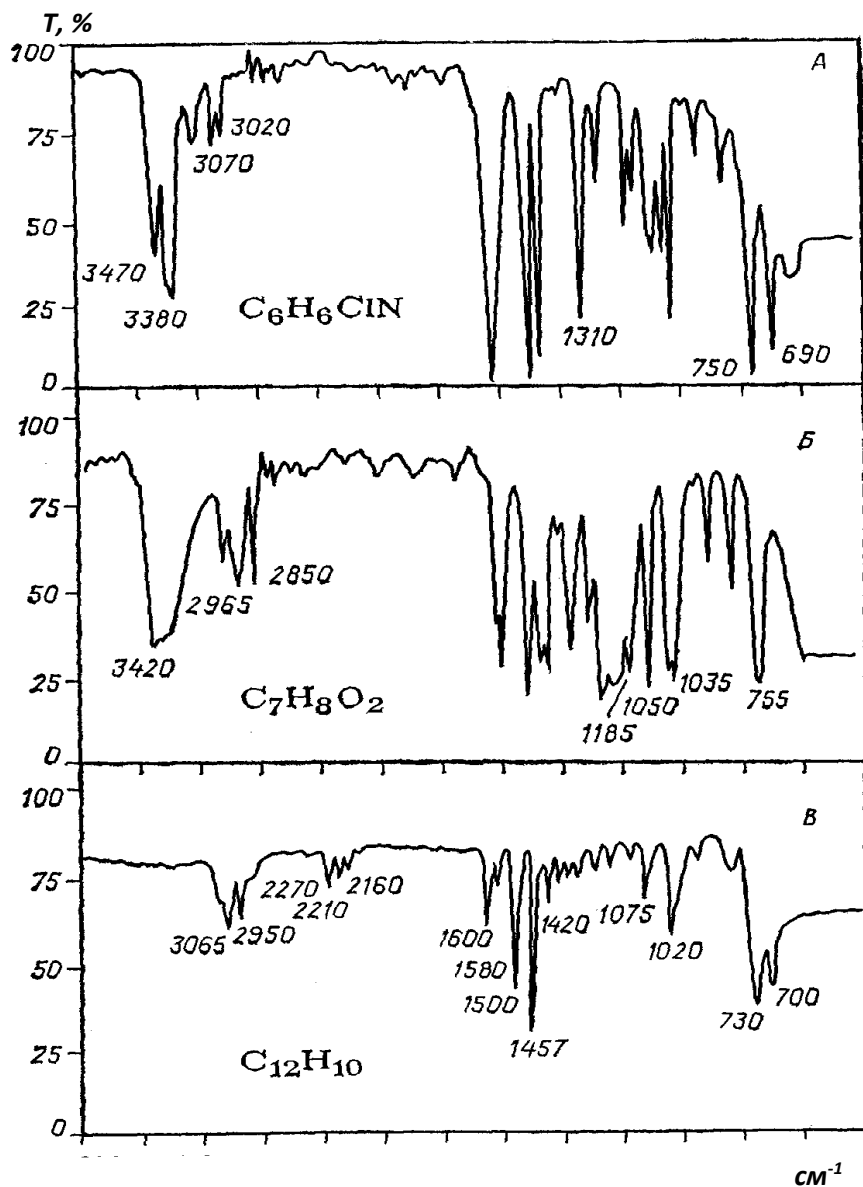
T, %



Задача № 9. Визначте структуру сполуки C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>:

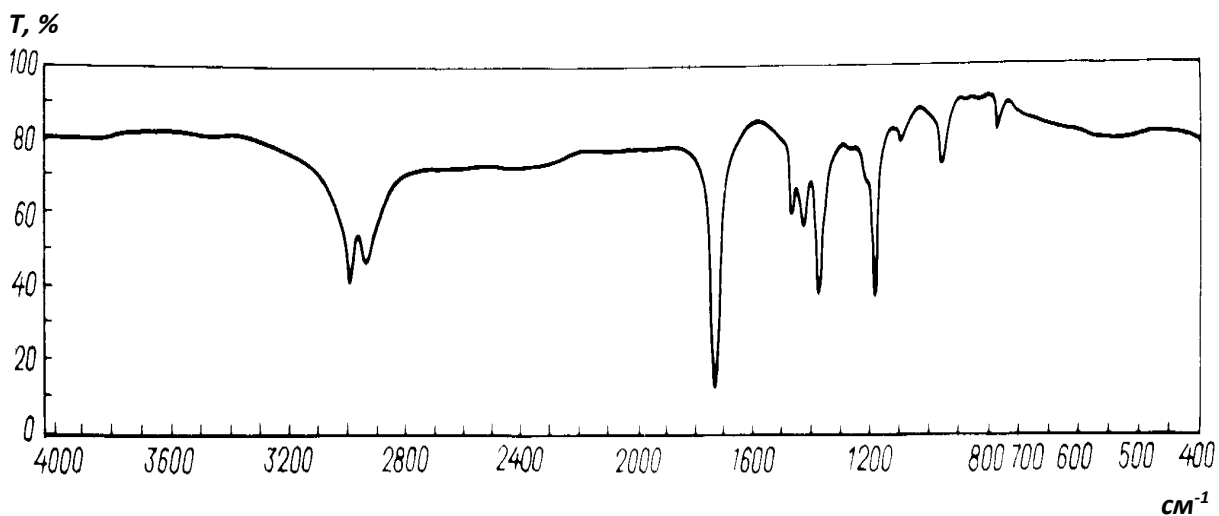
T, %



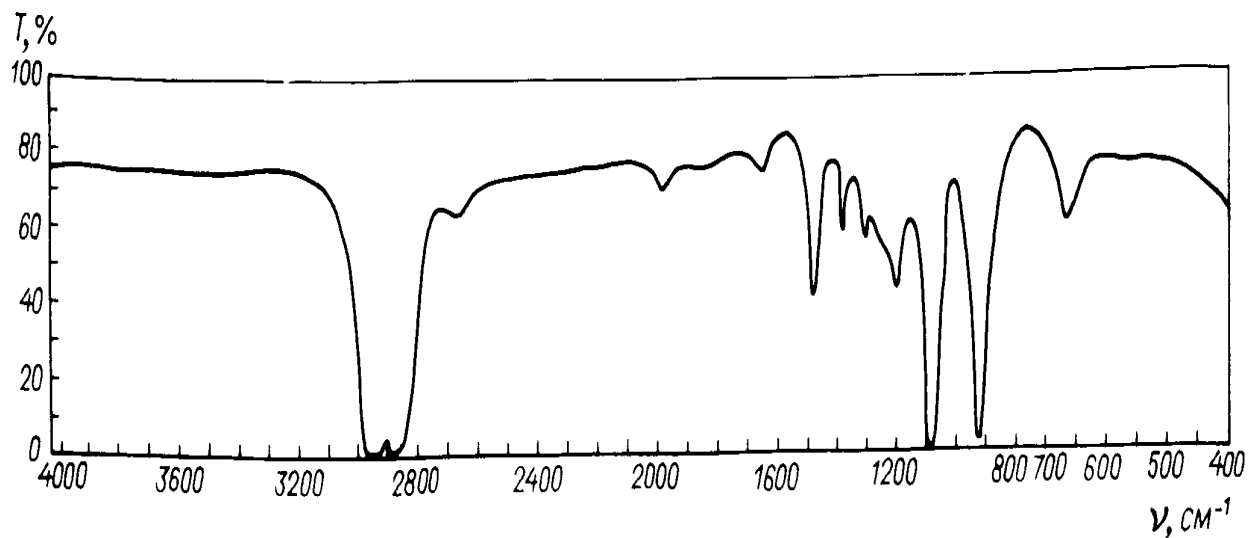


Задача № 10.  
 За ІЧ-спектрами визначте, які функціональні та кратні зв'язки входять до складу сполук А, Б, В.  
 Назвіть ці сполуки.

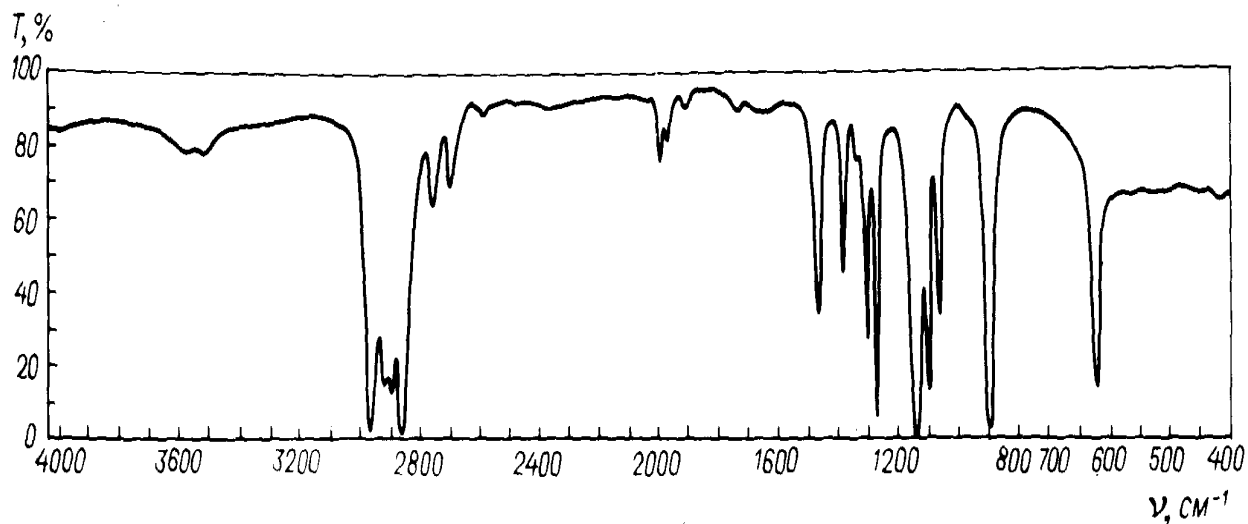
Задача № 11. Визначте структуру сполуки  $C_4H_8O$  :



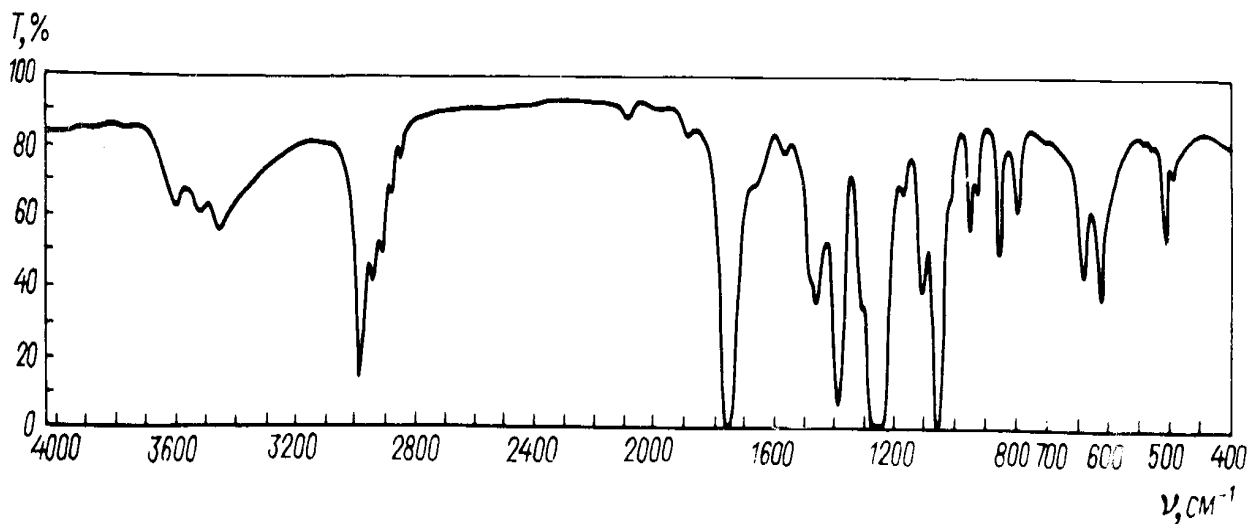
Задача № 12. Визначте структуру сполуки  $C_4H_8O$ .



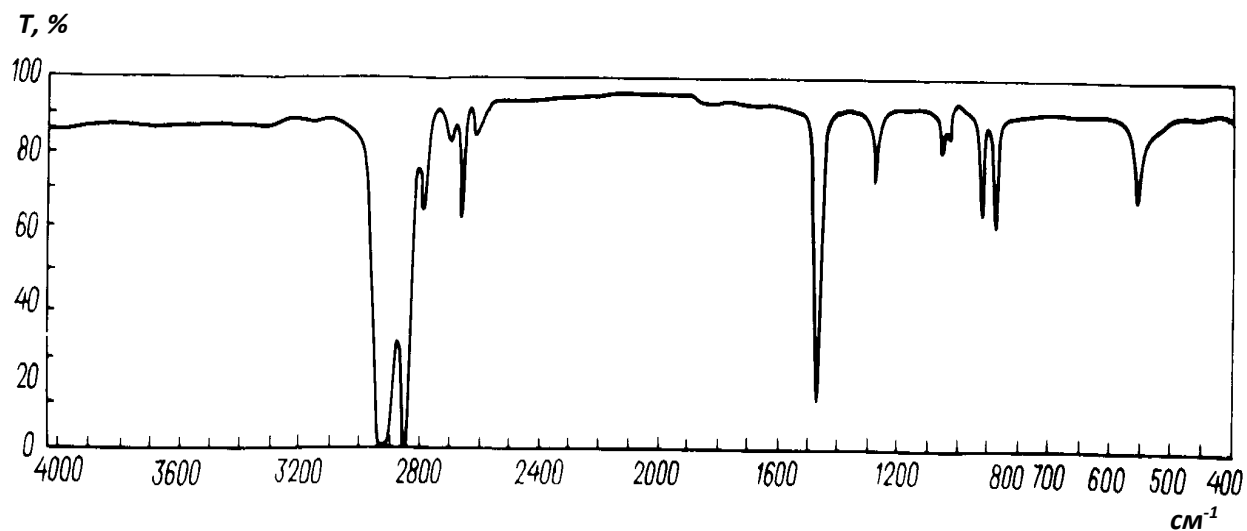
Задача № 13. Визначте структуру сполуки  $C_4H_8O_2$ .



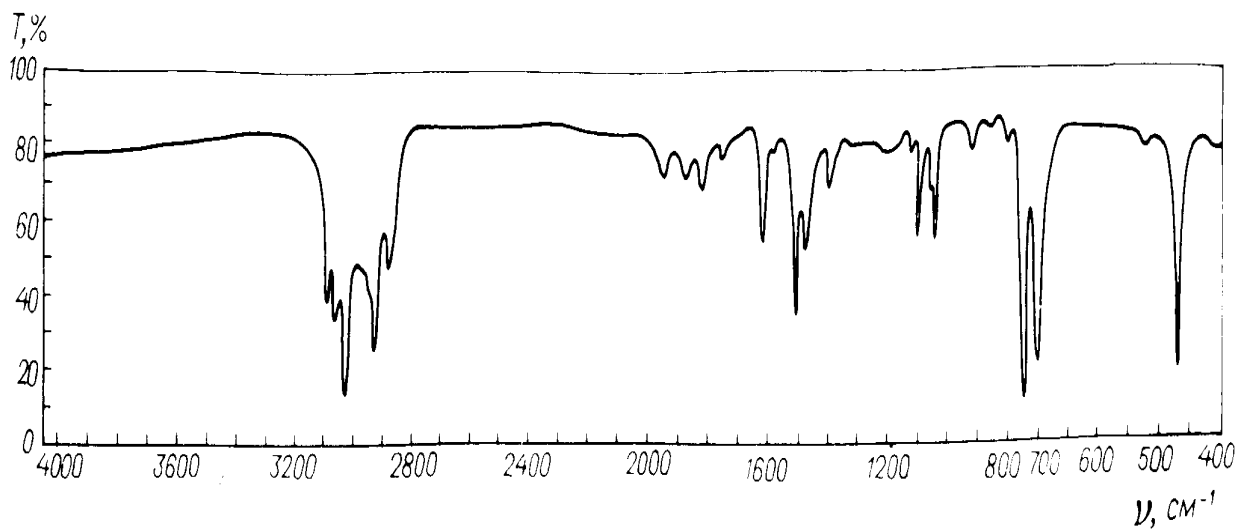
Задача № 14. Визначте структуру сполуки  $C_4H_8O_2$ .



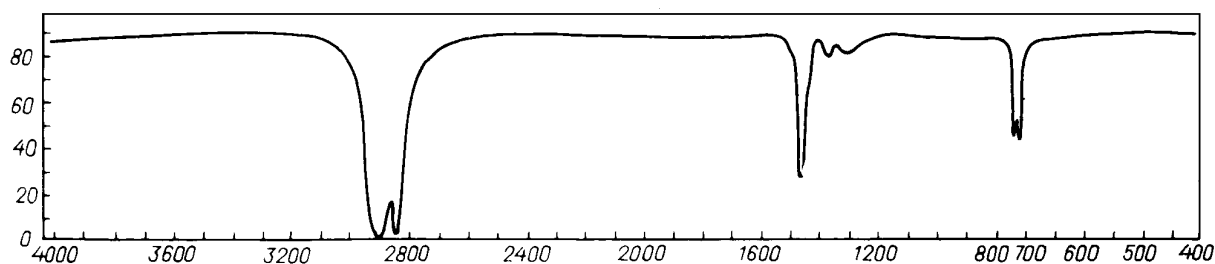
Задача № 15. Визначте структуру сполуки  $C_6H_{12}$ .



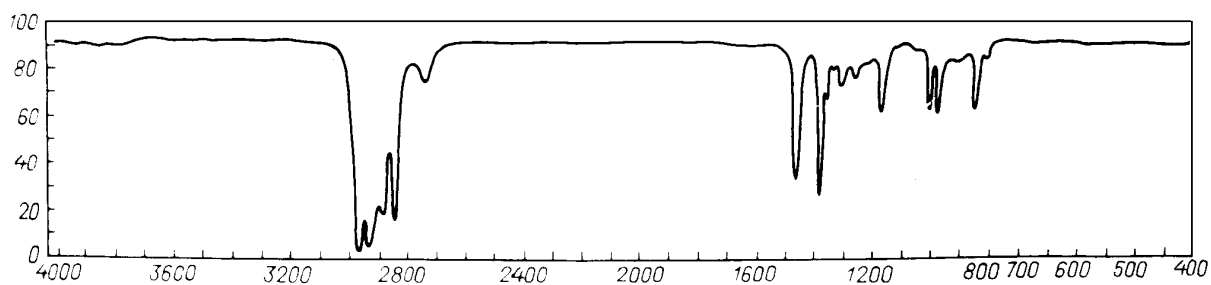
Задача № 16. Визначте структуру сполуки  $C_7H_8$ .



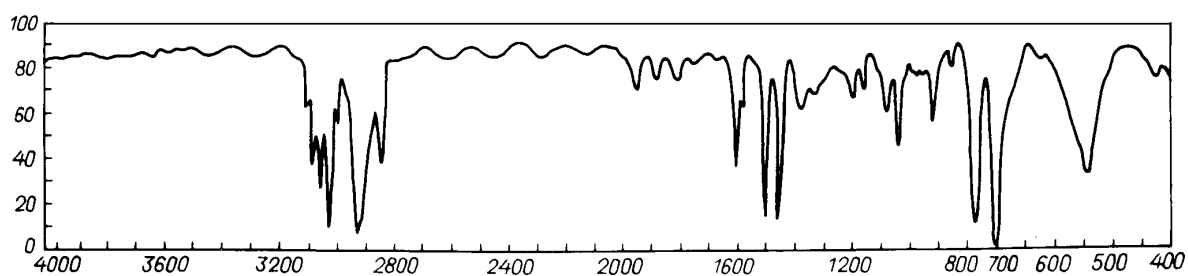
## Інфрачервоні спектри полімерних матеріалів



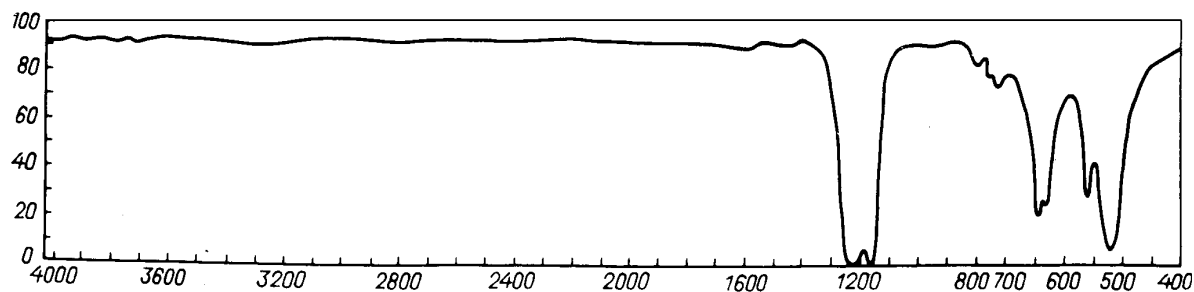
Поліетилен низького тиску  
(пресована плівка,  $d = 0,015$  мм)



Поліпропілен  
(пресована плівка,  $d = 0,01$  мм)

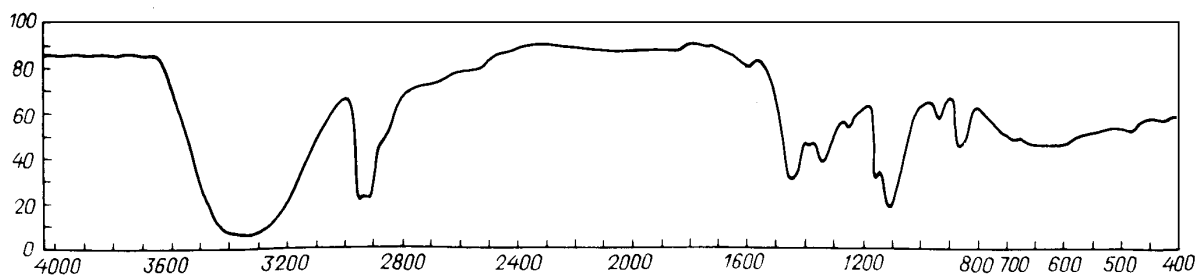


Полістирол  
(плівка, відлита з розчину в бензолі,  $d = 0,02$  мм)

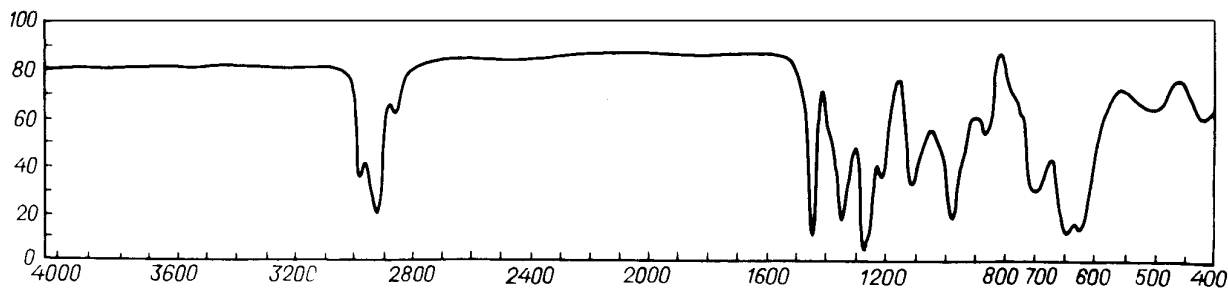


Політетрафторетилен  
(пресована плівка,  $d = 0,009$  мм)

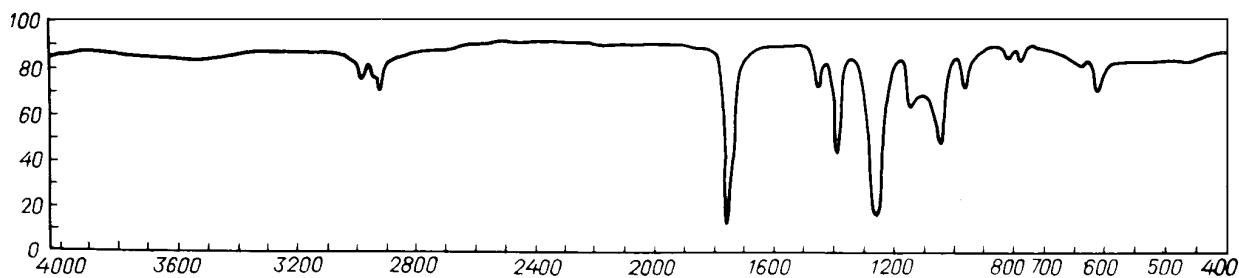




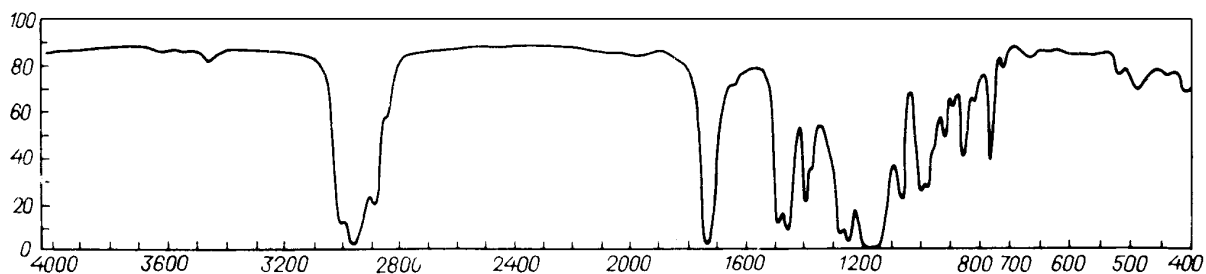
Полівініловий спирт  
(плівка, відлита з розчину у воді,  $d = 0,009$  мм)



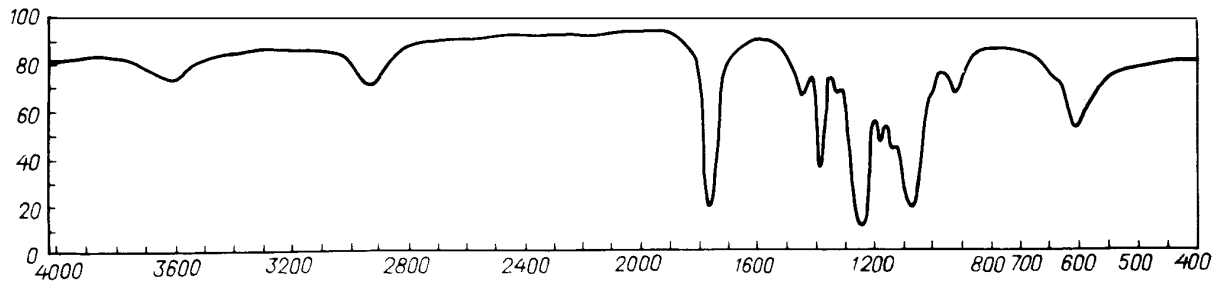
Полівінілхлорид  
(пресована плівка,  $d = 0,026$  мм)



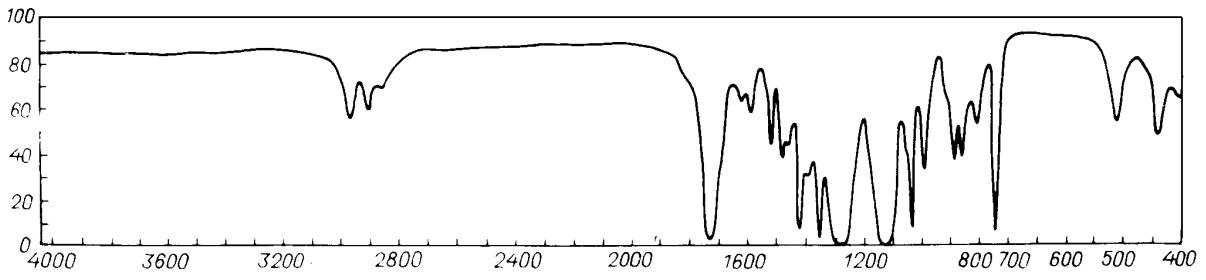
Полівінілацетат  
(плівка, відлита з розчину у трихлорметані,  $d = 0,005$  мм)



Поліметилметакрилат  
(плівка, відлита з розчину у дихлоретані,  $d = 0,027$  мм)



Триацетат целюлози  
(плівка, відлита на вікні КВг з розчину у трихлорметані)



Поліетилентерефталат

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 5. ВИЗНАЧЕННЯ РЕЧОВИН ЗА МЕТОДОМ УЛЬТРАФІОЛЕТОВОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ.**

Метод ультрафіолетової спектроскопії застосовується під час дослідження атомів, іонів, молекул і твердих тіл для вивчення їх рівнів енергії, вірогідності переходів та інших характеристик. В УФ-області спектру лежать резонансні лінії нейтральних, одно- й двократно іонізованих атомів, а також спектральні лінії, випромінені збудженими конфігураціями високоіонізованих атомів.

Цей метод дозволяє відслідковувати кінетику хімічної реакції та її швидкість під час вимірювання спектрів поглинання через певні проміжки часу. Константа рівноваги Кр може бути також розрахована за допомогою УФ-спектрометричного методу. Після визначення оптимальних довжин хвиль для всіх компонентів (реагентів), які знаходяться у стані рівноваги, можна моніторити реакцію до досягнення її рівноважного стану і визначати концентрації реагуючих речовин під час їх раніше зафіксованих довжинах хвиль.

Детектор перетворює вхідне світло на струм. Чим вище струм, тим більше інтенсивність світла. Для кожної довжини хвилі світла, що проходить через спектрометр, вимірюється інтенсивність світла, що проходить через еталонну комірку (рис.5.1). Інтенсивність світла зазвичай позначається  $I_0$ .

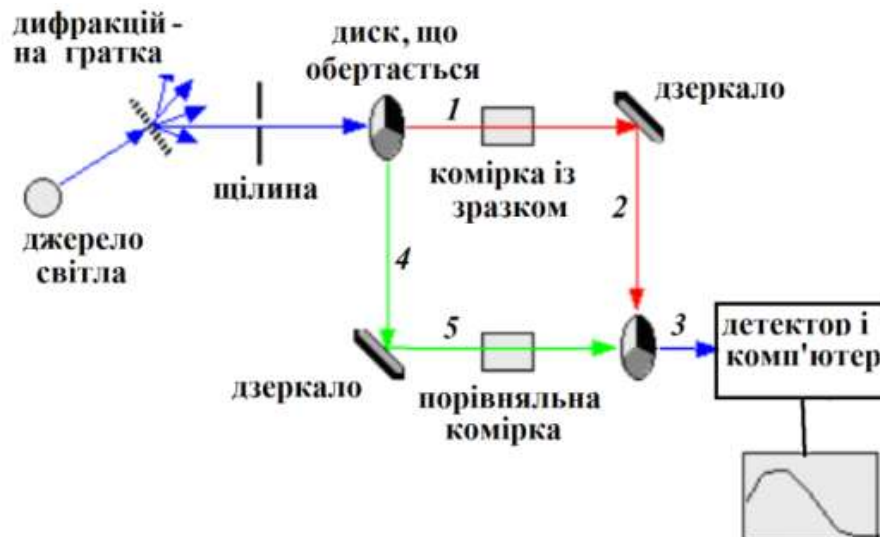


Рис.5.1. Принципова схема УФ – спектрометра

### **Сутність методу**

УФ- та видима абсорбційна спектроскопія базується на вимірюванні ступеню ослаблення інтенсивності променя світла після його проходження через зразок або після відбиття від поверхні певного зразка. Вимірювання абсорбції (поглинання) може відбуватися на одній довжині хвилі, або у певному спектральному діапазоні. Багато молекул поглинають ультрафіолет або видиме світло. Поглинання світла у розчині підвищується і при цьому одночасно відбувається ослаблення інтенсивності променя.

Поглинання ( $A$ ) прямо пропорційне довжині шляху променю, що проходить через зразок ( $b$ ), і концентрації ( $c$ ) абсорбційного зразка. Закон Бугера-Ламберта-Бера, який описує цей процес, стверджує, що

$$A = \epsilon bc,$$

де  $\epsilon$  – константа пропорційності, або молярний коефіцієнт абсорбції. Світло, що проходить через будь-яке середовище, цілком або частково поглинається. Поглинання (абсорбція) світла пов'язане з

перетворенням у речовині енергії електричного випромінювання у інші види енергії. З точки зору електронної теорії, взаємодія світла і речовини зводиться до взаємодії електромагнітного поля світлової хвилі з атомами і молекулами речовини. Енергія електромагнітної хвилі, яка затрачується на збудження коливань, частково повертається у вигляді випромінювання вторинних хвиль, які випромінюються зарядженими частинками, що рухаються, а частково переходить у інші форми енергії, наприклад у енергію руху атомів, тобто у внутрішню енергію речовини.

Колір	Діапазон довжин хвиль нм	Діапазон частот, ТГц фотонів,	Діапазон енергій хвиль, еВ
Фіолетовий	380–440	790–680	2,82–3,26
Синій	440–485	680–620	2,56–2,82
Блакитний	485–500	620–600	2,48–2,56
Зелений	500–565	600–530	2,19–2,48
Жовтий	565–590	530–510	2,10–2,19
Помаранчевий	590–625	510–480	1,98–2,10
Червоний	625–740	480–400	1,68–1,98 4

## *ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 6.*

### **ЕМІСІЙНИЙ СПЕКТРАЛЬНИЙ АНАЛІЗ ЗРАЗКІВ СТАЛЕЙ.**

#### **Фотографування спектрів спектрографом ІСП - 28**

Якісний емісійний спектральний аналіз полягає у визначенні довжини хвилі спектральної лінії і встановлення елемента, якому вона належить. Ідентифікацію хімічного елемента проводять за значенням довжини хвилі його спектральної лінії, визначеної з точністю до десятих і сотих долей ангстрема.

Кількісним параметром емісійного спектрального аналізу є інтенсивність будь-якої лінії визначуваного елемента. Інтенсивність лінії певного елемента безпосередньо залежить від кількості атомів цього елемента, які знаходяться у збудженому стані і який зумовлює випромінювання. Кількість збуджених атомів залежить від концентрації елемента в зразку і умов збудження (температури і геометричних розмірів джерела збудження, швидкості випаровування матеріалу зразка, наявності інших елементів в зразку).

#### **Будова спектрографа ІСП – 28**

Кварцовий спектрограф ІСП-28, що призначений для отримання і фотографування емісійних спектрів в інтервалі 200 – 600 нм (ультрафіолетова та видима частина спектру), використовується для якісного і кількісного аналізу металів, сплавів, руд та ін. об'єктів. Принцип його дії полягає в розкладанні випромінювання досліджуваного зразка у спектр за допомогою кварцової призми. Це випромінювання утворюється збудженими атомами зразка, які переходять у стан

атомарної пари дією електричної дуги чи іскри. Спектр фіксується на світлочутливій емульсії фотопластинки.

Для отримання електричної дуги чи іскри спектрограф обладнано дуговим (або іскровим) генератором, який живиться від мережі змінного струму.

У штативі спектрографа кріпляться електроди: знизу – еталони чи аналізовані зразки, зверху – загострені на конус в 1 мм вугільні електроди зі спектрально чистого графіту. Штатив під'єднано до генератора дуги чи іскри.

Оптична схема приладу ІСП-28 зображена на рис.6.1.

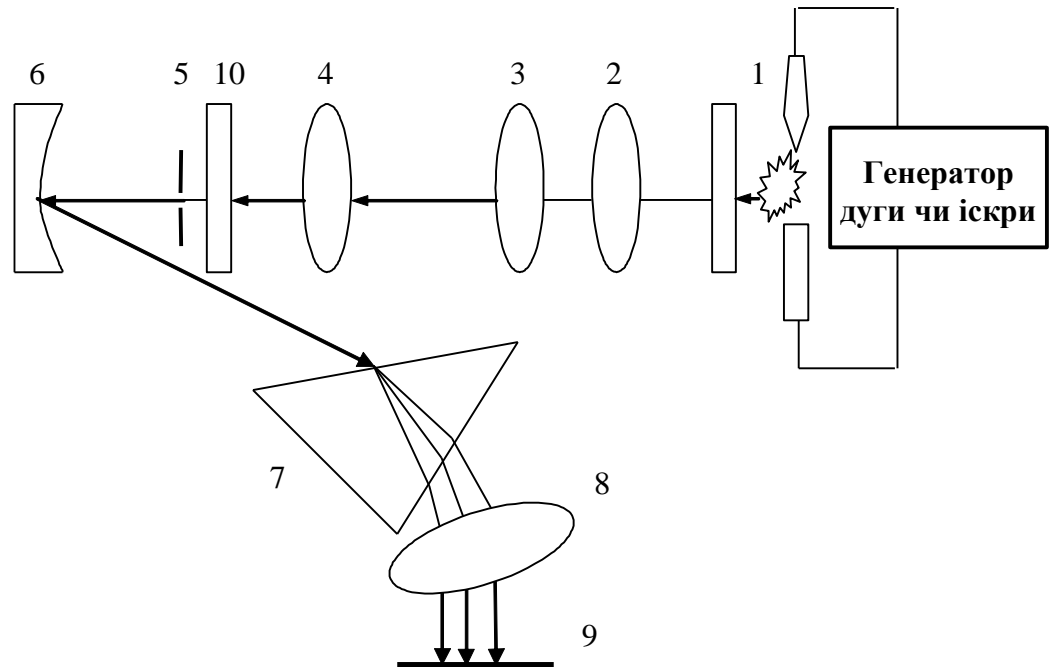


Рис.6.1. Оптична схема приладу ІСП-28.

Випромінювання 1 від збуджених атомів зразка проходить через трьохлінзовий освітлювач (складається з конденсорів 2, 3 і 4), щілину 5 і потрапляє на дзеркальний об'єктив коліматора 6, який відбиває падаючі промені під кутом  $2'17''$ . Пучок паралельних променів від дзеркального об'єктиву потрапляє на призму 7, яка розкладає їх у спектр. Об'єктив 8 збирає промені у своїй фокальній площині 9, яка співпадає з площиною емульсії фотопластинки.

Розмір щілини спектрографа можна задавати від 0 до 0,4 мм з кроком 0,001 мм. Відлік ширини розкривання щілини проводять за шкалою барабана. Для забезпечення додаткового фокусування щілину можна також пересувати і вздовж оптичної осі. Для обмеження розміру щілини за висотою використовують діафрагму з фігурними вирізами (діафрагма Гартмана) чи працюють з дев'ятиступінчатим послаблювачем 10. Безпосередньо за щілиною на корпусі приладу змонтований

затвор, призначений для встановлення тривалості експозиції фотопластинки. Касета з фотопластинкою закріплюється на рамці касетної частини при допомозі клинових затискачів.

### **Порядок фотографування спектрів**

Перед виконанням роботи необхідно ретельно зачистити робочу поверхню електродів. Один електрод (еталон чи аналізований зразок) затискають у нижній тримач штативу. Другий (спектрально чистий вугільний електрод діаметром 5-6 мм, загострений на конус зі зрізаною вершиною діаметром 1 мм) закріплюють у верхньому тримачі штативу. Віддаль між електродами (дуговий проміжок) встановлюють за допомогою шаблону товщиною 2 мм. Ширина щілини спектрографа – 15-20 мкм. Перед щілиною поміщають дев'ятиступінчатий послаблювач.

Джерелом збудження є генератор ДГ-2, який працює в дуговому режимі. Проміжок між електродами розрядника повинен становити 0,7 мм, сила струму дуги – 3,5 А, сила струму трансформатора – 0,1 А.

Після вмикання кнопки «ПУСК», що подає живлення на електроди, пучок променів, який утворюється між ними, фокусують на центр щілини шляхом переміщення електродів по вертикалі верхнім маховиком на дверцятах штативу. При необхідності фокусування в повздовжньому напрямку прилад необхідно вимкнути, зняти залишкову напругу металевим стержнем з ізольованою ручкою і провести необхідні регулювання. Далі ввімкнути прилад і перевірити фокусування пучка променів на центр щілини. Зняти ковпачок зі щілини і відкрити затвор. При правильному фокусуванні у правому кутку касетної частини повинні спостерігатись чіткі спектральні лінії.

Перед фотографуванням спектру необхідно вимкнути прилад і встановити касету із зарядженою фотопластинкою. Для цього в касету покласти фотопластинку (9x12) емульсією донизу на віддалі 2,5 – 3 см від правого краю касети. За допомогою ручки перемістити касету на 15-ту поділку шкали відліку положення спектру на фотопластинці. Висунути шибер з касети і ввімкнути на 5-7 секунд додаткову підсвітку для фотографування на фотопластинку градуовальної шкали приладу. При цьому повинна світитись контрольна лампочка. Перемістити касету на 10 поділок вгору за шкалою відліку (на 25-ту поділку) і провести фотографування спектра зразка, який встановлений в штативі. Час витримки при фотографуванні спектрів (експозиція) залежить від чутливості фотопластинок і встановлюється експериментально. Зазвичай експозиція складає від 30 секунд до 3 хвилин. Після кожного фотографування касету з фотопластинкою переміщують на 10 поділок шкали відліку, щоб спектри окремих зразків не накладались один на одного. При заміні зразків чи електродів прилад вимикають і знімають залишкову напругу.

Вугільний електрод замінюють після кожного фотографування на свіжо загострений.

Для якісного і напівкількісного аналізу на пластинці фотографують: градувальну шкалу приладу, спектр чистого заліза і поряд з ним спектр аналізованого зразка. Фотографування спектрів заліза і досліджуваного зразка повторюють кілька разів на одній фотопластинці;

- для точного кількісного аналізу за методом трьох еталонів послідовно фотографують: градувальну шкалу спектрографа, спектри трьох еталонів і ще вище три спектри досліджуваних зразків.

Тривалість попереднього обпалювання електродів перед фотографуванням спектру для кожного зразка складає 15 секунд. Пластинка зі сфотографованими спектрами проявляється у фотокімнаті при червоному світлі. Час витримки у проявнику – 2-3 хв., у закріплювачі – 10 хв., промивання у протічній воді – 10-15 хв. Після цього пластинка сушиться на повітрі і використовується для якісного, напівкількісного та кількісного аналізу.

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 7.**

### **ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ЛУЖНИХ І ЛУЖНОЗЕМЕЛЬНИХ ЕЛЕМЕНТІВ МЕТОДОМ ПОЛУМ'ЯНОЇ ФОТОМЕТРІЇ.**

**Мета і завдання роботи** – оволодіти методом полум'яної фотометрії з практичними навиками роботи з обладнанням при встановленні концентрації лужного чи лужноземельного металу методом калібрувального графіка.

#### **Основні теоретичні відомості**

Кварцовий спектрограф ІСП-28, що призначений для отримання і фотографування емісійних спектрів в інтервалі 200 – 600 нм (ультрафіолетова та видима частина спектру), використовується для якісного і кількісного аналізу металів, сплавів, руд та ін. об'єктів. Принцип його дії полягає в розкладанні випромінювання досліджуваного зразку у спектр за допомогою кварцової призми. Це випромінювання утворюється збудженими атомами зразка, які переведені у стан атомарної пари дією електричної дуги чи іскри. Спектр фіксується на світлочутливій емульсії фотопластинки.

Для отримання електричної дуги чи іскри спектрограф обладнано дуговим (або іскровим) генератором, який живиться від мережі змінного струму.

У штативі спектрографа кріпляться електроди: знизу – еталони чи аналізовані зразки, зверху – загострені на конус в 1 мм вугільні електроди зі спектрально чистого графіту. Штатив під'єднано до генератора дуги чи іскри.

Оптична схема приладу ІСП-28 зображена на рис. 1.

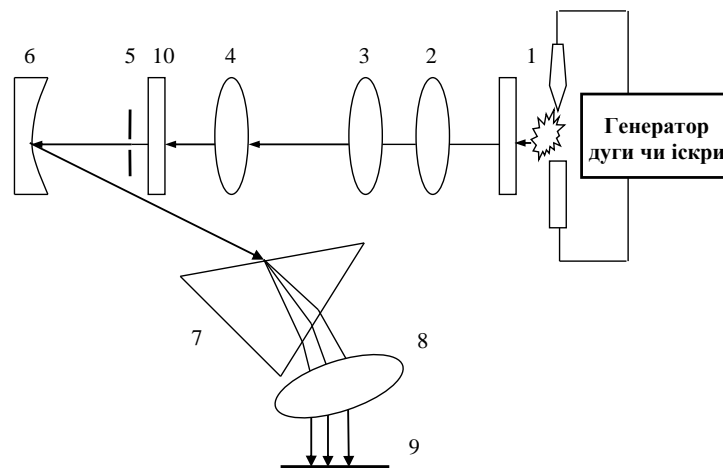


Рис. 1.2.1. Оптична схема приладу ІСП-28.

Випромінювання 1 від збуджених атомів зразка проходить через трьохлінзовий освітлювач (складається з конденсорів 2, 3 і 4), щілину 5 і потрапляє на дзеркальний об'єктив коліматора 6, який відбиває падаючі промені під кутом  $2'17''$ . Пучок паралельних променів від дзеркального об'єктиву потрапляє на призму 7, яка розкладає їх у спектр. Об'єктив 8 збирає промені у своїй фокальній площині 9, яка співпадає з площиною емульсії фотопластинки.

Розмір щілини спектрографа можна задавати від 0 до 0,4 мм з кроком 0,001 мм. Відлік ширини розкривання щілини проводять за шкалою барабана. Для забезпечення додаткового фокусування щілину можна також пересувати і вздовж оптичної осі. Для обмеження розміру щілини за висотою використовують діафрагму з фігурними вирізами (діафрагма Гартмана) чи працюють з дев'ятиступінчатим послаблювачем 10. Безпосередньо за щілиною на корпусі приладу змонтований затвор, призначений для встановлення тривалості експозиції фотопластинки. Касета з фотопластинкою закріплюється на рамці касетної частини при допомозі клинових затискачів.

### Порядок фотографування спектрів

Перед виконанням роботи необхідно ретельно зачистити робочу поверхню електродів. Один електрод (еталон чи аналізований зразок) затискають у нижній тримач штативу. Другий (спектрально чистий вугільний електрод діаметром 5-6 мм, загострений на конус зі зрізаною вершиною діаметром 1 мм) закріплюють у верхньому тримачі штативу. Віддаль між електродами (дуговий проміжок) встановлюють за допомогою шаблону товщиною 2 мм. Ширина щілини спектрографа – 15-20 мкм. Перед щілиною поміщають дев'ятиступінчатий послаблювач.



Джерелом збудження є генератор ДГ-2, який працює в дуговому режимі. Проміжок між електродами розрядника повинен становити 0,7 мм, сила струму дуги – 3,5А, сила струму трансформатора – 0,1А.

Після вмикання кнопки «ПУСК», що подає живлення на електроди, пучок променів, який утворюється між ними, фокусують на центр щілини шляхом переміщення електродів по вертикалі верхнім маховиком на дверцятах штативу. При необхідності фокусування в повздовжньому напрямку прилад необхідно вимкнути, зняти залишкову напругу металевим стержем з ізольованою ручкою і провести необхідні регулювання. Далі ввімкнути прилад і перевірити фокусування пучка променів на центр щілини. Зняти ковпачок зі щілини і відкрити затвор. При правильному фокусуванні у правому кутку касетної частини повинні спостерігатись чіткі спектральні лінії.

Перед фотографуванням спектру необхідно вимкнути прилад і встановити касету із зарядженою фотопластинкою. Для цього в касету покласти фотопластинку (9x12) емульсією донизу на віддалі 2,5 – 3 см від правого краю касети. За допомогою ручки перемістити касету на 15-ту поділку шкали відліку положення спектру на фотопластинці. Висунути шибєр з касети і ввімкнути на 5-7 секунд додаткову підсвітку для фотографування на фотопластинку градуовальної шкали приладу. При цьому повинна світитись контрольна лампочка. Перемістити касету на 10 поділок ввєрх за шкалою відліку (на 25-ту поділку) і провести фотографування спектра зразка, який встановлений в штативі. Час витримки при фотографуванні спектрів (експозиція) залежить від чутливості фотопластинок і встановлюється експериментально. Зазвичай експозиція складає від 30 секунд до 3 хвилин. Після кожного фотографування касету з фотопластинкою переміщають на 10 поділок шкали відліку, щоб спектри окремих зразків не накладались один на одного. При заміні зразків чи електродів прилад вимикають і знімають залишкову напругу. Вугільний електрод замінюють після кожного фотографування на свіжо загострений.

***Примітки:***

- для якісного і напівкількісного аналізу на пластинці фотографують: градуовальну шкалу приладу, спектр чистого заліза і поряд з ним спектр аналізованого зразка. Фотографування спектрів заліза і досліджуваного зразка повторюють кілька разів на одній фотопластинці;

- для точного кількісного аналізу за методом трьох еталонів послідовно фотографують: градуовальну шкалу спектрографа, спектри трьох еталонів і ще вище три спектри досліджуваних зразків.

Тривалість попереднього обпалювання електродів перед фотографуванням спектру для кожного зразка складає 15 секунд. Пластинка зі сфотографованими спектрами проявляється у фотокімнаті при червоному світлі. Час витримки у

проявнику – 2-3 хвилини, у закріплювачі – 10 хвилин, промивання у протічній воді – 10-15 хвилин. Після цього пластинка сушиться на повітрі і використовується для якісного, напівкількісного та кількісного аналізу.

Спектральні прилади, в яких джерелом збудження є газове полум'я, називаються полум'яними фотометрами. Особливістю методу полум'яної фотометрії є порівняно низька температура джерела збудження. Внаслідок цього збуджуються і випромінюють атоми не всіх елементів. Ті ж атоми, що збуджуються (переважно атоми лужних і лужноземельних елементів), випромінюють не всі можливі лінії. Тому спектр випромінювання містить малу кількість ліній, і непотрібно використовувати дисперсійний елемент з великою роздільною здатністю. Достатньо між полум'ям і рецептором розмістити світлофільтр, що пропускає випромінювання визначуваного елемента в області, де немає випромінювання інших елементів. Використання світлофільтрів дозволяє відмовитися від складної оптичної системи і щілини, а це спрощує конструкцію приладів і збільшує їх чутливість. В аналітичній практиці найкращими є полум'яні фотометри з інтерференційними світлофільтрами.

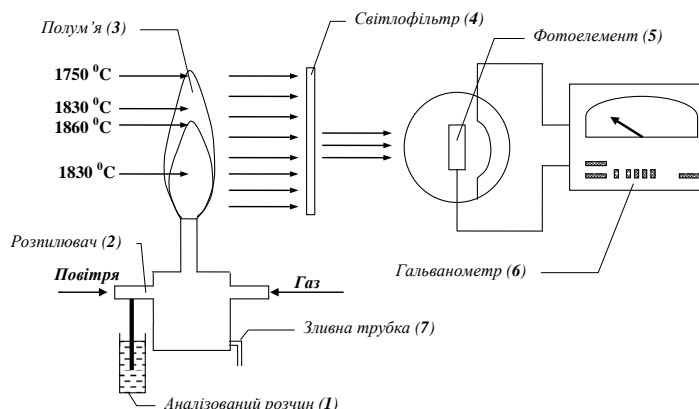


Рис.1.2.2. Схема полум'яного фотометра

Залежно від типу горючого газу і окисника температура в полум'ї може змінюватись від 2000 К (природний газ – повітря) до 3500 К (ацетилен – кисень). У полум'ї природного газу в суміші з повітрям збуджуються лужні та деякі лужноземельні елементи, потенціал збудження яких не перевищує 5 еВ. Оскільки полум'я є стабільним джерелом збудження, то при кількісному аналізі застосовують простий і точний метод прямого калібрування. При необхідності визначення дуже малих концентрацій можна використати метод добавок. Аналізовану пробу обробляють так, щоб визначуваний елемент перейшов у розчин, який далі розпилюється і подається у полум'я у вигляді аерозолю. Розчинник випаровується, визначувана речовина переходить у стан атомарної пари, атоми якої під впливом високої температури переходять у збуджений стан. Повертаючись у стаціонарний стан, збуджені атоми випромінюють надлишок

енергії у вигляді фотонів певної частоти. Світлофільтр приладу із загального світлового потоку виділяє лише ті промені, довжина хвилі яких властива атомам визначуваного елемента. Фотоелемент вимірює їх інтенсивність у вигляді фотоструму, значення якого при малих концентраціях пропорційне концентрації визначуваного елемента.

Перевагою полум'яної фотометрії є простота і надійність конструкції приладу, можливість роботи у безперервному режимі і використання для безпосереднього аналізу розчинів. Існують полум'яні фотометри для одночасного визначення концентрацій декількох елементів. Недолік – обмежена кількість елементів, які можна визначити і необхідність переведення аналізованого об'єкту у розчин.

### ***Обладнання та реактиви***

1. Полум'яний фотометр ФПЛ-1.
2. Стандартні розчини з відомим вмістом  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  або  $\text{Ca}^{2+}$ .
3. Розчини з невідомим вмістом визначуваних елементів.
4. Набір посуду для фотометрування.
5. Дистильована вода.

## **СПИСОК ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ ЗА РП З ДИСЦИПЛІНИ МЕТОДОЛОГІЯ ІДЕНТИФІКАЦІЇ ХІМІЧНИХ ЗМІН У ПММ**

1. Визначення вмісту бензолу, толуолу, ксилолу, бутанолу, ацетону, ізоамілацетату та інших летких органічних речовин в промислових викидах та повітрі санітарно-захисної зони методом газорідинної хроматографії.
2. Визначення вмісту органічних речовин в промислових стічних водах методом газорідинної хроматографії.
3. Розділення катіонів третьої та четвертої аналітичних груп методом паперової хроматографії
4. Визначення сполук методом інфрачервоної спектроскопії
5. Визначення речовин за методом ультрафіолетової спектроскопії.
6. Емісійний спектральний аналіз. Якісний і кількісний аналіз зразків сталей.
7. Визначення вмісту лужних і лужноземельних елементів методом полум'яної фотометрії.