

Қазақстан Республикасының Білім және ғылым министрлігі

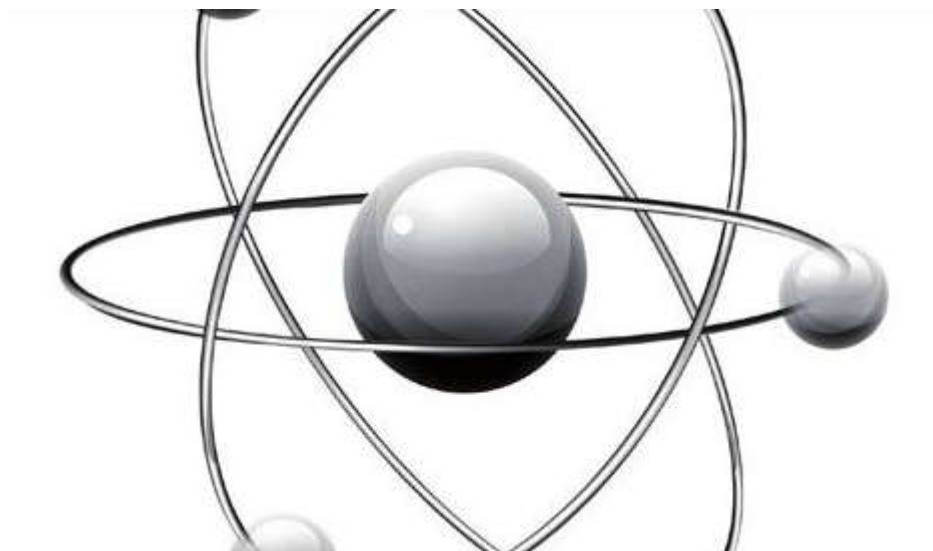
А.Байтұрсынов атындағы Қостанай мемлекеттік университеті

Электрэнергетика және физика кафедрасы

В.М.Поезжалов, Д.К. Оразалинова

ТАЛДАУ ӘДІСТЕМЕСІНІҢ ФИЗИКАЛЫҚ НЕГІЗДЕРІ

Оқу-әдістемелік құрал



Қостанай, 2019

Қазақстан Республикасының Білім және ғылым министрлігі

А.Байтұрсынов атындағы Қостанай мемлекеттік университеті

Электрэнергетика және физика кафедрасы

В.М.Поезжалов, Д.К. Оразалинова

ТАЛДАУ ӘДІСТЕМЕСІНІҢ ФИЗИКАЛЫҚ НЕГІЗДЕРІ

Оқу-әдістемелік құрал

Қостанай, 2019

УДК 530 (075)

ББК 22.3я73

П 47

Авторлары:

Поезжалов Владимир Михайлович, физика-математикалық ғылыми кандидаты, электроэнергетика және физика кафедрасының профессоры
Оразалинова Дамели Каирбековна, жаратылыстану ғылымдар магистрі, электроэнергетика және физика кафедрасының аға оқытушысы

Рецензенттер:

Джаманбалин Кадыргали Қоныспайұлы, физика-математика ғылыми докторы, З.Алдамжар атындағы ҚӨТУ профессоры

Есимханов Саят Бакитович, техникалық ғылымдар кандидаты, электроэнергетика және физика кафедрасының доценті

Исинтаев Тақабай Исинтайұлы, техникалық ғылымдар кандидаты, машинақұрылыс кафедрасының доценті

Поезжалов В.М., Оразалинова Д.К.

П 47 Талдау әдістемелердің физикалық негіздері: Оқу-әдістемелік құрал.- Қостанай: А.Байтұрсынов атындағы ҚМУ, 2019-106 б.

ISBN 978-601-7597-32-0

Оқу-әдістемелік құралына зертханалық жұмыстарын орындайтын теориялық мәліметтері мен орындалатын зертханалық жұмыстардың нұсқаулары, жұмыстарды орындау тәртіптері мен бақылау сұрақтары еңгізілген.

5В060400-Физика мамандық студенттеріне арналған, осы пәнді оқытатын жоо оқытушылары өз сабақтарында қолдануына ұсынылған.

ББК 22.3я73

П 47

А.Байтұрсынов атындағы Қостанай мемлекеттік университетінің Оқу-әдістемелік кеңесімен бекітілген және баспаға ұсынылған,

27 06 2019, хаттама № 4

©Поезжалов В.М.,Оразалинова Д.К.,2019

Мазмұны

Кіріспе.....	4
Тақырып 1 Зертханалық практикумды ұйымдастыру.....	5
1.1 Зертханалық жұмысқа рұқсат алу үшін талаптары.....	6
1.2 Зертханалық жұмыстар нәтижелерін қорғау тәртібі.....	6
1.3 Зертханалық жұмыстарды орындаудың әдістемелік нұсқаулары.....	7
1.4 Химиялық зертханада жұмыс істегенде қолданылатын сақтық шаралары.....	7
1.5 Реактивтерді пайдалану ережелері.....	8
1.6 Таразы және таразыда өлшеу.....	9
1.7 Химиялық ыдыстардың түрлерімен танысу.....	10
Тақырып 2 Қатты дененің және сұйықтың тығыздығын пикнометрлік әдіспен анықтау.....	13
Тақырып 3 Градуирлеу график әдіспен ерітіндінің тығыздығы мен концентрациясын анықтау.....	24
Тақырып 4 Рефрактометрия әдісі көмегімен зат концентрациясын зерттеу.....	26
Тақырып 5 Поляризация жазықтығының меншікті айналуын және қант ерітіндісінің поляриметр көмегімен концентрациясын анықтау.....	34
Тақырып 6 Капиллярлы вискозиметр көмегімен сұйықтың тұтқырлығын анықтау.....	47
Тақырып 7 Қатты сусымалы денелердің ылғалдығын термогравиметриялық әдіспен анықтау.....	53
Тақырып 8 Жұқақабатты хроматографияны оқу.....	59
Тақырып 9 Спектрофотометрдің ерітіндінің оптикалық тығыздығын концентрацияға тәуелдігін зерттеу үшін қолдануы...	78
Тақырып 10 Сыну көрсеткіші арқылы ерітіндінің концентрациясын анықтау.....	91
Қорытынды.....	108
Қолданылған әдебиеттер тізімі.....	109

Кіріспе

Зертханалық жұмыстары тәжірибе арқылы маңызды физикалық құбылыстарды оқытуға, дәріс сабақтарында қорытылатын заңдарды тексеруге, сонымен бірге әр түрлі физикалық құрал жабдықтары мен жұмыс жасауға үйренуге мүмкіндік береді(рефрактометрлері мен, спектрофотометрлері мен, поляриметрлері мен және т.б.).

Физикалық құралдар, құрылғылар, қондырғылар мен өлшеуіш приборлары техниканың, медицинаның, ғылыми зерттеулердің, өңдеу технологиясында, жеңіл өнеркәсібінің әр түрлі салаларында кең қолданылады.

Талдау әдістемесінің физикалық негіздері пәннің зертханалық жұмыстарын орындау негізінде білім алушылар өлшеулерді жасау мен, зерттеуді жүргізу мен, алынған талдау нәтижелерін өңдеу мен танысады да негізгі біліктіліктері мен дағдыларын қалыптастырады.

Зертханалық жұмыстар теориялық материалды терең оқып, білім алушылардың қателіктерді есептеу, ойлап теориялық қорытындылары мен алынған нәтижелердің мүмкін бола алатын айырмашылықтарын түсіндіру.

Талдау әдістерінің физикалық негіздерін оқып, зерттеу, талдау біліктіліктерді игерген білім алушылар өз білімдері мен біліктіліктерді кейін дипломдық жоба жүргізу кезінде, кәсіптік тәжірибе өту кезінде қолдана алады.

Болашақта осы қалыптастырылған білімдері мен біліктіліктер, дағдылар кез келген техниканың, медицинаның, ғылыми зерттеулердің әр түрлі салаларында жұмыс орнын табуға мүмкіндік береді.

Тақырып 1 Зертханалық практикумды ұйымдастыру

Талдау әдістерінің физикалық негіздері бойынша зертханалық практикумды орындаудың алдында білім алушылар міндетті түрде техника қауіпсіздік бойынша нұсқаулық алады және есеп жүргізу журналында ережелерді оқып түсініп шыққан соң қол қояды.

Әр бір зертханалық жұмысты орындауы маршрут тәсілімен жүргізіледі. Оқу топ 2-3 адамдан топшаларға бөлінеді, және жеке кез келген тақырыпқа сәйкес келетін жұмысты орындайды. Келесі сабақта топшаға келесі тақырыпқа арналған зертханалық жұмысты орындауына тура келеді.

Сонымен, практикум бойында әр бір топша бір қондырғыдан келесіге, бір жұмыстық орнынан екіншіге ауысып көше отырып зертханалық жұмыстарды орындай отырады.

Осындай маршрутты түрде практикумды орындауы лабораторияны әр түрлі құрал-қондырғылары мен жабдықтауына мүмкіндік береді және барлық студенттері мен талдаудың әр түрлі әдістермен қамтамасыз етуге мүмкіндік береді. Әр бір топша үшін оқытушылар талдаудың максимал әдістерімен танысып жұмыс жасауы үшін тиімді өту тізімін құрастырады.

Әр бір зертханалық жұмысқа студенттер тек қана оқытушыдан рұқсат алған соң ғана кіріседі.

Берілген тақырып бойынша зертханалық жұмысты орындау кезінде негізгі теориялық материал, оқытылатын тақырыпты түсіну және игеру үшін әр бір тақырыптың алдында келтірілген және зертханалық жұмыс мағынасында шағылдырылған. Ең терең және егжей-тегжейлі теориялық материал дәріс сабақтарында және оқулықтарда келтіріледі.

Зертханалық жұмыстардың тақырыптардың жазылымы толық және егжей-тегжей студенттерге орындау кезінде түсінікті болатындай құрастырылған.

Оқытылатын материалды бекіту үшін әр бір жұмыстың соңында сұрақтар келтірілген.

11. *Жұмыс орынды ұйымдастыру.* Әр бір жұмысты орындау үшін лабораторияда жеке жұмыс жасау орны бөлінген, мұнда қажетті арнайы құрал-жабдықтар мен қажетті реактивтер мен шыны дыыстары даярланған.

Зертханалық жұмысты орындау кезінде әр бір топша өз жұмыс орнында тәртіпті сақтап отыруы қажет. Жұмысты аяқтаған соң зертханалық ыдысты жуып тастап жұмыс орнында тәртіпке келтіру керек, соған соң оны оқытушыға тапсыру керек.

2. *Зертханалық жұмыстарды ресімдеу және есеп беруді құрастыру.* Барлық зертханалық жұмыстарды студенттер жеке дәптер фопматтағы қос параққа толтырып қажетті мәліметтерді еңгізеді. Алдын ала дайырланған А4 форматты бастырылған электронды журналға алынған нәтижелері еңгізіледі.

Әр бір орындалған жұмыс бойынша есеп беруді әр бір студент жеке орындайды және оқытушыға тексеріске беріледі.

Есеп беруді құрастыру жоспары:

1) жұмысты орындау күні,

- 2) жұмыс тақырыбы,
 - 3) жұмыс мазмұны (қысқаша),
 - 4) қолданылатын реагенттер,
 - 5) жұмысты орындау үшін қажетті ыдыс пен құрал-жабдықтар,
 - 6) жұмысты орындау жүрісі (қысқаша негізгі операцияларды)
 - 7) эксперименталды берілгендері (барлық нәтижелерді жазу ережелерін сақтай отырып өлшем бірліктерін келтіріп жазу керек)
 - 8) зеттелетін шамалардың арасындағы тәжірибелік тәуелдіктердің графиктерін миллиметрлік парақ үстіне салып немесе компьютерлі түрде орындалуы тиіс.
 - 9) талдау нәтижелерінің есептеулері (түсініктемелері мен бірге), сонымен бірге берілгендердің математикалық өңделуі,
 - 10) алынған талдау нәтижелерінің қателіктерін есептеу (оқытушы тексерген соң),
 - 11) жұмыстың зерттеу бөлігі бойынша қорытындылары.
- Зертханалық жұмыс егер рұқсат етілген мәндерінен қателіктері аспайтын болса, дұрыс орындалған болып есептеледі.
- Шамалардың есептеу дәлдіктері мен сандарды жуықтау дәлдігін сақтап ережелерді сақтап жазылуы міндетті түрде сақталу қажет.
- Алынған нәтижелерді жазу журналға дәл енгізілгенге назар аудару қажет.
- Көбінесе зертханалық жұмыстарда даярланған стандартты ерітінділердің концентрациясын есептеу қажет, оларды араластыруы есепте алынуы керек. Есеп эквивалентте заңы бойынша жасалады.

1.1 Зертханалық жұмысқа рұқсат алу үшін талаптары

Зертханалық жұмысты орындау алдында рұқсат алу үшін бақылау сұрақтарға жауаптарды беру керек:

- 1) жұмыстың мақсаты неде екенін түсіндіру керек.
- 2) аналитикалық сигнал дегеніміз не түсіндіру керек.
- 3) әдіс негізінде жатқан химиялық өзара әсерлесуді жазып беру керек.
- 4) тіркелетін функцияның реагент концентрацияға (ерітінді көлеміне) болжам жасалатын тәуелділікті жазып беру керек,
- 5) өлшеуіш прибордың жұмыс жасау принципін түсіндіру, оның негізгі түйіндерін атау керек,
- 6) приборда өлшеулерді жасау кезінде операциялардың тізбегін келтіру керек.

1.2 Зертханалық жұмыстар нәтижелердің қорғау тәртібі

Әр бір студент жұмысты қорғау кезінде зертханалық жұмыстың есебін, шын нәтижелері мен статистикалық өңдеу бар толық ресімделген түрінде тапсырады.

Қорғау кезінде әдістін, оның қолданылатын әдістемесінде талқыланатын теориялық негіздері баяндалады. Бақылау сұрақтардың, әдістемесінде зертханалық жұмыстың талқылауы мен жасалады.

Алынған нәтижелер тәуелділіктер сипаты неліктен дәл сол түрде шыққанға, тәжірибе жасау кезінде оған сыртқы ортаның, эксперимент жасаушы жағынан нәтижелерге қай әсерлердің тигізуі әкеп соққанына көз жеткізу керек.

1.3 Зертханалық жұмыстарды орындаудың әдістемелік нұсқаулары

Химия зертханасында жұмыс істегенде мынадай ережелерді орындалуы тиіс:

1. алдын ала оқулықтың жұмысқа сәйкес тарауларын, дәріс конспектісін оқып шығу және зертханалық жұмыстың мазмұнымен танысу қажет.
2. Тәжірибеге қажетті ыдыстар, приборлар, реактивтердің барлығын тексермей тәжірибені бастауға болмайды.
3. Нұсқауда көрсетілген жұмыс ретін мұқият орындап отыру қажет.
4. Газ тартатын шкафтарды, жанғыш және қауіпті заттармен жұмыс істегенде қажетті сақтық шараларын бұлжытпай орындау керек.
5. Тәжірибенің барысын зер салып бақылап, оның барлық құбылыстарын байқап отыру керек.
6. Тәжірибелерді аяқтаған соң жұмыс орнын тәртіпке келтіру қажет.
7. Барлық байқалған өзгерістерді, реакция теңдеулерін тәжірибе біткеннен кейін арнаулы жұмыс дәптеріне жазу керек.
8. Дәптерге күні, айы, жылы, тақырып аты, жұмыстың мазмұны прибордың суреті, бақылау нәтижелері, реакция теңдеулері жазылады, есеп шығару жолдары көрсетіледі және қорытынды жасалады. Жұмыс дәптерінің шетінен оқытушы пікірін жазу үшін бос орын қалдырылады.

1.4 Химиялық зертханада жұмыс істегенде қолданатын сақтық шаралары

Химиялық зертханада жұмыс істеу барысында студент келесі ережелерді оқып оларды мұқият орындау қажет:

1. Жұмыс орнында артық заттар болмау қажет.
2. Жұмыс столдың үстінен атауы көрсетілмеген реактивтерді алып тастау керек.
3. Оңай от алғыш, улы және жағымсыз иісті заттармен жасалатын тәжірибелер оттан аулақ және тартпа шкафта жүргізіледі.
4. Оңай жанатын және жанғыш сұйықтары бар ыдыстарды қыздыратын қондырғылардың жанында ұстауға болмайды.
5. Пробиркада сұйықты қыздыру барысында оның ауызын бұрып өзінен және көршіден сәл арақашықтықта ұстау қажет, себебі сұйық қайнаған кезде шашырап күйдіру мүмкін.

6. Газ өткізгіш түтікшесімен жұмыс істеу барысында түтікшенің ұшын сұйықтан алып тастаған соң ғана реакциялық қоспасы бар пробирканың астынан спирт шамын алуға болады.

7. Жанғыш газдармен тәжірибе өткізу барысында жанында қопарғыш қоспалар болса оларды жандыруға болмайды.

8. Суда еритін органикалық заттар (мысалы спирттер) жанған жағдайда сумен сөндіруге болады.

Суда ерімейтін сұйықтар (бензол, толуол және басқа көмірсутектер) жанғанда суды қолдануға болмайды. Бұл жағдайларда өрттің орталығын асбесті сүлгімен не көрпемен жауып, құм сеуіп немесе өрт сөндіргіш құралдарды қолданып сөндіруге болады.

9. Адам жарақат немесе күйік алған жағдайда көмек көрсете білу керек.

Термиялық күйік алған жағдайда күйген жерді 40%-ті этил спиртінде ерітілген 5%-ті таннин ерітіндісімен жылдам шайып, осы ерітіндіге батырылған мақта немесе марлімен таңып қойған жөн.

Қышқылмен күйген жағдайда күйген жерді бірден сумен шайып, 1%-ті сода ерітіндісіне батырылған мақта немесе марлі компрессін басылады.

Сілтімен күйген жағдайда күйген жерді бірден сумен шайып, 1%-ті сірке қышқылының ерітіндісіне батырылған мақта немесе марлі компрессін салады.

Көзге қышқыл түскен жағдайда көзді бірден сумен, ал кейін 2%-ті натрий бикарбонаты ерітіндісімен шаю керек.

Көзге сілті түскен жағдайда көзді бірден сумен, ал кейін 2%-ті бор қышқылының ерітіндісімен шаю керек.

Қолды шынымен кесіп жарақат алған жағдайда, кесілген жерге 3%-ті йодтың спирт ерітіндісін жағу керек. Қан тоқтамаған жағдайда кесілген жерді 10%-ті темір хлориді (FeCl_3) ерітіндісімен тампон қойған жөн.

10. Зертханадан кетерде газ жаңарғылары шүмектерінің жабықтығын, электрлік қыздыру құрал-жабдықтардың сөндірілгенін тексеру қажет.

1.5 Реактивтерді пайдалану ережелері

Реактивтер салынған шөлмектердің немесе банкалардың сыртында реактивтің аты және оның сапасы: «техникалық», «таза», «анализ үшін таза», «химиялық таза» және ерітінділер үшін концентрациясы жазылған этикеткалары болу керек. Реактивтерді пайдаланғанда келесі ережелерді орындау қажет:

1. Егер жұмысқа қажетті реактивтердің мөлшері көрсетілмеген болса, реактивтерді аз алу керек /материал мен жұмысқа кететін уақытты үнемдеу үшін/.
2. Алынған реактивтің артық мөлшерін сол ыдысқа қайтадан салуға немесе құюға болмайды. Реактивтерді пайдаланғаннан кейін банканы не шөлмекті қақпағымен жауып қою керек.
3. Құрғақ реактивтерді фарфор немесе металдан жасалған қасықшалармен не қалақшалармен /шпательдер/ алған жөн. Олар әрдайым таза, құрғақ болуы

керек. Пайдаланғаннан кейін оларды әбден тазалап, сүзгіш қағазбен сүртіп отыру керек.

- Егер реактив пипеткамен алынған болса, ол пипетканы жуып тазартпай екінші шөлмектен реактив алуға болмайды.

1.6 Таразы және таразыда өлшеу

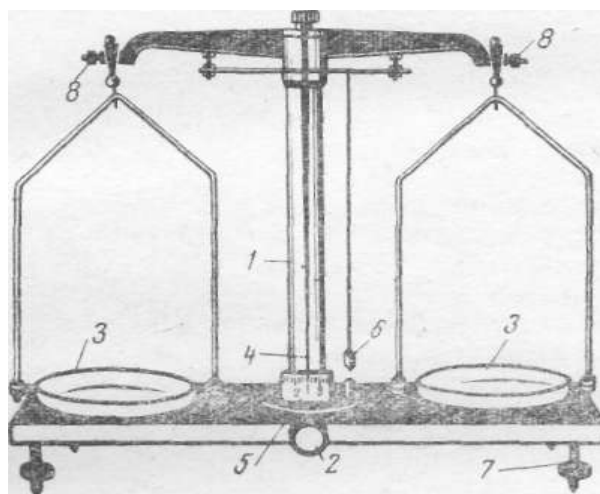
Химиялық зертханада ең керекті жабдықтардың бірі – таразы. Сондықтан зертханада жұмыс істеушілердің бәрі таразыны дұрыс пайдалана білу керек.

Әдетте химиялық лабораторияда өлшеу үшін техникалық (1-ші сурет) немесе аналитикалық таразылар қолданады.

Техникалық таразыда заттың салмағын 0,01 граммға дейінгі дәлдікпен анықтауға болады. Техникалық таразыны синтез жұмыстарында бастапқы алынған зат пен реакциядан шыққан заттарды өлшеу үшін жиі қолданады.

Аналитикалық таразының дәлдігі техникалық таразыдан дәлірек болады, көбінесе анализ жұмыстарында қолданады. Бұл таразыда заттарды 0,0001 – 0,0002 граммға дейінгі дәлдікпен өлшеуге болады (сур.1)

Қазіргі кезде таразылардың электрондық түрлері жиі қолданады. Бұл таразыларды тегіс бетке қойып, заттарды өлшейді.



Сурет 1 - Техникалық-химиялық таразының құрылысы

Суретте көрсетілген таразы құрылғының негізгі бөліктері :

(1-дінгек, 2-тұтқа, 3-табақшалар, 4-стрелка, 5-шкала, 6-арретир, 7-реттеуіш винтер, 8-иін ағаштың ұшындағы жүктер)

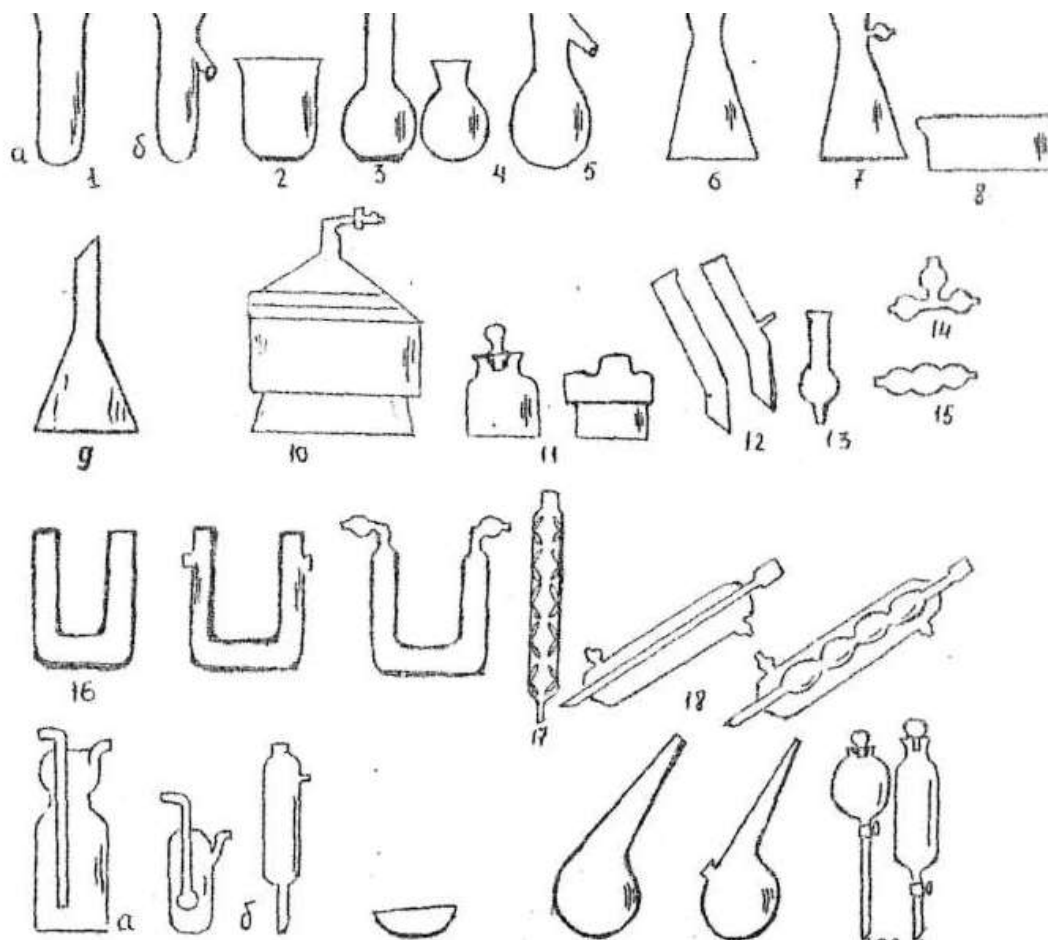
Таразыда өлшегенде келесі ережелерді бұлжытпай орындау қажет:

- Таразыда жұмыс істеуші өзі жөндей алмайтын ақаулық тапса, ол туралы дереу оқытушыға немесе лаборантқа айтуы керек.
- Таразыда заттарды өлшеу алдында оның тепе-теңдікке келтірген жөн.
- Таразы табақшасына ыстық, дымқыл, майлы және лас заттарды қоюға болмайды.

4. Сұйықты өлшегенде таразының табағына төкпеу керек. Әсіресе қышқылдарды өлшегенде өте сақ болу керек.
5. Таразыда құрғақ заттарды бюкске немесе сағат әйнегінде, ал сұйықтықтарды стаканда өлшейді.
6. Таразылар арнайы өлшеуіш бөлмеде тұру керек. Бұл бөлмелерде таза, құрғақ атмосфера, яғни арнайы режим болу керек.
7. Өлшеуіш бөлмеде қатты сөйлеуге, жүгіруге және секіруге болмайды, яғни өлшеу барысында бөлмеде тыныштық сақталған жөн.
8. Таразымен жұмыс істеп болған соң, онда еш нәрсе қалдырмау керек. Электрондық таразыны сөндіріп кету қажет.

1.7 Химиялық ыдыстардың түрлерімен танысу

Химиялық тәжірибелерде көбінесе жұқа шыныдан жасалған ыдыстар қолданады. Мұндай шыны температураның кенет өзгеруіне кәдімгі шыныдан гөрі төзімді болады, сол шыны ыдыс түрлері 2 суретте келтірілген.



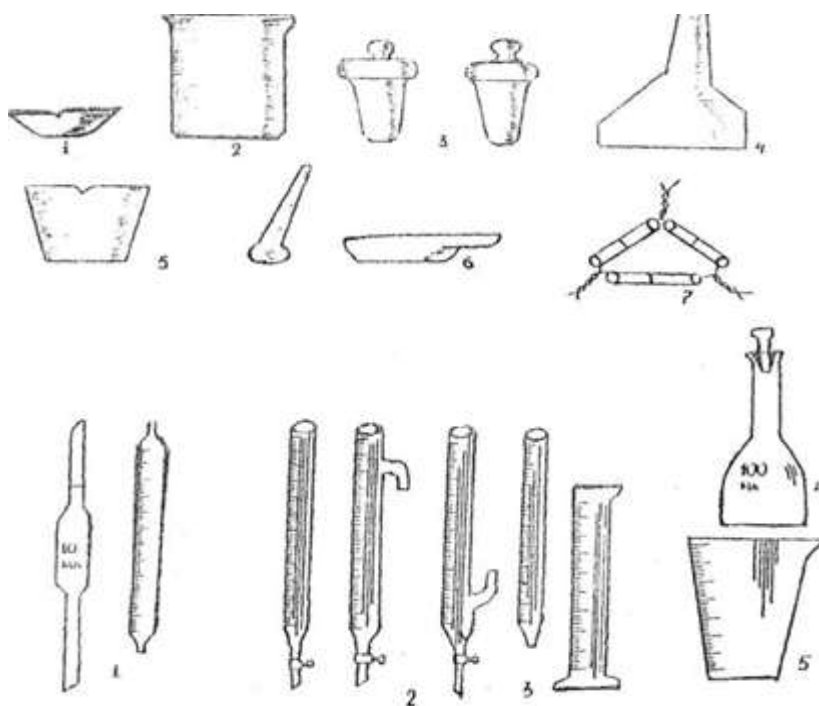
Сурет 2-Зертханалық шыны ыдыстар

Химиялық зертханада жиі қолданатын шыны ыдыстары 2-ші суретте көрсетілген: 1а) пробиркалар, 1б) Вюрц пробиркалары, 2) стакан, 3) тегіс түпті

колбалар, 4) дөңгелек түпті колбалар, 5) Вюрц колбасы, 6) конус тәріздес колбалар, 7) соруға арналған шөлмектер, 8) кристаллизатор, 9) воронка, 10) эксикатор, 11) бюкстер, 12) аллонждар, 13) хлоркальций түтіктер, 14) үш тармақтар, 15) өту түтіктері, 16) U-тәрізді түтіктер, 17) дефлегматор, 18) салқындатқыш, 19а) жуғыш шөлмектер, 19б) құрғатқыш воронка, 20) сағат шыны, 21) реторталар, 22) бөлгіш воронкалар. Шыны ыдыстардан басқа фарфор ыдыстар (3-сурет) қолданады: 1) табақша, 2) стақан, 3) қақпақты тигельдер, 4) Бюхнер воронкасы, 5) келі мен келсап, 6) қайықшалар, 7) үшбұрыш.

Заттардың аз мөлшерімен жұмыс істеу үшін өлшемі және сыйымдылығы аз химиялық ыдыстар қолданылады, мысалы сыйымдылығы 50мл, 25мл, 10мл колбалар, 20мл, 10мл, 5мл стақандар және т.б.

Химиялық зертханалардың жұмыстарында келесі өлшеуіш ыдыстар (4-сурет) жиі қолданылады: 1-пипеткалар, 2-бюреткалар, 3-цилиндрлер, 4-колбалар, 5-мензуркалар.



Сурет 3 –Зертханалық өлшеуіш шыны ыдыстары

Қатты қызған химиялық ыдыстарды, әсіресе шыны ыдыстарды, бірден суық немесе ылғал столдың үстіне не темір штативтің табағына қоюға, не су тигізуге болмайды. Сұйықты пробиркада қыздырғанда пробиркадағы сұйықтың деңгейі келіп тұрған жерін немесе пробирканың түбін қыздыруға болмайды. Бірінші жағдайда пробирка сынып кетуі мүмкін, екінші жағдайда сұйық қатты қайнап, асып төгілу мүмкін. Сондықтан пробирканың сұйық толып тұрған жерін бірдей біркелкі қыздырған жөн.

Тәжірибе жасағанда пайдаланатын ыдыстардың барлығы да таза болу керек. Оларды арнаулы щеткалармен жуады да, содан кейін дистилденген сумен бірнеше рет шаяды. Егер ыдыс өте лас болса, суға аздап тұз қышқылын

немесе «хром қоспасын» (концентрлі күкірт қышқылындағы калий бихроматының ерітіндісі) қосып жуады. Жуылған ыдыстарды кептіру үшін төңкерілген күйінде кептіргіш тақтайдың үстінде қалдырылады. Егер ыдысты тез кептіру керек болса, оны газ немесе электр кептіргіш шкафтың ішіне қойып кептіреді. Қазіргі таңда қолданылатын зертханалық шыны ыдыстар түрлері 4 суретте көрсетілген.



Сурет 4- зертханалық ыдыстар түрлері

Тақырып 2 Қатты дененің және сұйықтың тығыздығын пикнометрлік әдіспен анықтау.

Физикалық эксперименттің қателіктерін есептеу әдістерімен танысу.

Осы тақырып бойынша зертханалық жұмыстың келтірілген мәліметтері бойынша теориялық сұрақтарын қайталап болған соң, кіріс бақылау сұрақтарына ауызша жауап берген соң оқытушыдан рұқсат алау керек. Рұқсат алған соң зерттеулерді өткізіп

Сабақтың мақсаты

Берілген зертханалық жұмыстың мақсаты геометриялық пішіндері дұрыс емес үлгілердің тығыздығын пикнометр әдіс көмегімен анықтау және қателіктерді анықтау және есептеу әдістерін игеру.

Базалық материал

Жұмысты табысты орындап тапсыру үшін қатты дененің тығыздығын пикнометр көмегімен анықтау қажет және жасалған өлшеудің қателігін анықтауын білу.

Сабаққа дайындалу

Қайталау, қажетті болса базалық және дәрсі материалдың сұрақтарын оқу, сонымен бірге әдебиетті оқу:

1. Евтихийев Н.Н., Черкашина А.Г. Өлшеулердің статистикалық теория негіздері.-М.:МИРЭА, 2010
2. Зайдель А.Н. Физикалық шамалардың өлшеу қателіктері. –Л.: Наука, 2011

Бақылау сұрақтары

1. Дене массасына анықтама беріңіз. Ол қай өлшем бірлікпен өлшенеді?
2. Дене салмағы дегеніміз не? Бұл күштің түсірілген нүктесі?
3. Дене массасы мен салмағы қалай өлшенеді?
4. Дене тығыздығы дегеніміз не?
5. Дене тығыздығы оның температурасына тәуелді ме?
6. Таразының тепе-теңдік күйі орындалады ма, егер ол бірқалыпты үдемелі? Бірқалыпты қозғалатын болса?
7. Дөңгелек орбита бойымен ғарыштық кемеде рычагты таразы көмегімен дене массасын анықтауға болады ма?
8. Нольдік нүкте дегеніміз не? Шкала құны? Таразы сезгіштігі? Бұл шамалар қалай анықталады?
9. Дене салмағын неліктен вакуумға келтіреді? Осы операцияны жасауы немен қамсыздандырылған? Қай жағдайларда оны жасау қажет емес?
10. Массаны анықтау қателіктері?

Құралдар, жабдықтар, материалдар

Пикнометр, өлшенетін қатты дене, дистилляцияланған су, белгісіз сұйық, электрондық таразы, шприц.

Теориялық кіріспелер және кіріс берілгендер

Дене тығыздығы дегеніміз, дене массасының m оның көлеміне V қатынасы

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1)$$

Басқаша айтқанда, зат тығыздығы дегеніміз-бұл заттын бірлік көлемдегі массасы. Тығыздықты өлшеу дене массасы мен көлемін өлшеуге әкеп соғатыны мәлім.

Масса басқа шамаларға қарағанда тікелей өлшеу арқылы да анықтала алады, яғни таразы көмегімен (бірақ бұл өте массалары үлкен денелерге, мысалы жұлдыздар массалары немесе атомдар массалары тән емес. Дене көлемі жанама өлшеулер көмегі мен анықталады. Дұрыс геометриялық пішінді үлгілер жағдайында (цилиндрлер, параллелепедтер) сызықтық өлшемдерін сызғыш пен өлшеп алған соң өзара тәуелділіктен анықтауға болады.

Күрделі заттын тығыздығын анықтау кезінде оның сызықтық өлшемдерінің нәтижелері арқылы көлемін табуға болмайды. Бұл жағдайда дене тығыздығын анықтайтын пикнометриялық деп аталатын әдіс көмегі мен жасауға болады.

Пикнометр (грекше «пикнос»-тығыз)-сұйықтар мен қатты денелердің тығыздығындәл өлшеу үшін қолданылатын белгілі бір қалыптағы және іштілікті шыны ыдыс. Ыдыстын жіңішке тар жұлдыру және булануды азайту үшін тігін қаппағы бар. Пикнометрдің сондай құрылысы оны белгіге дейін сұйықпен толтыруға болатындай жасалынған. Бұл кезде сұйық көлемі пикнометрдің белгіленген көлемі болып табылады.

Пикнометриялық анықтау әдісінің мағынасы мынада:

1.Пикнометрді дистирленген су мен толтырады(белгіге дейін)(тігін мен жабады) массасын таразы мен анықтайды. Су бар пикнометрдің массасы M_0 , $M_0 = \rho_0 V_p + m_p$

Мұндағы ρ_0 -тәжірибе өткізу уақыттағы су тығыздығы, V_p, m_p -ыдыстын көлемі мен массасы.

2.Зеттелетін денені өлшеу керек Онын массасы $m = \rho V$, яғни үлгінің тығыздығы мен көлемі.

3. Таразы мен анықталған үлгіні су бар пикнометр ішіне ендіреді. Судын артық құйлып кеткен бөлігін пикнометрдегі су белгімен дәл келетіндей болу үшін алып тастайды. Пикнометрдің су, үлгімен массасын анықтайды.

Пикнометрдің бір түрі 5 суретте келтірілген.



Сурет 5 -Пикнометр

Пикнометриялық анықтау әдісінің мағынасы мынада:

1. Пикнометрді дистирленген су мен толтырады(белгіге дейін)(тігін мен жабады) массасын таразы мен анықтайды. Су бар пикнометрдің массасы M_0 , $M_0 = \rho_0 V_p + m_p$, мұндағы ρ_0 - тәжірибе өткізу уақыттағы су тығыздығы, V_p, m_p - ыдыстың көлемі мен массасы.

2. Зеттелетін денені өлшеу керек Онын массасы $m = \rho V$, яғни үлгінің тығыздығы мен көлемі.

3. Таразы мен анықталған үлгіні су бар пикнометр ішіне ендіреді. Судын артық құйлып кеткен бөлігін пикнометрдегі су белгімен дәл келетіндей болу үшін алып тастайды. Пикнометрдің су, үлгімен массасын анықтайды.

Тапсырма. Сұйық тығыздығын анықтау.

1. Аналитикалық таразы көмегімен пикнометрді тігінмен бірге 4-ретті сан дәлдігі мен өлшеу керек (m_0 .)
 2. Пикнометрге дистирленген суды құйып, белгісіне дейін жеткізіп, түсіру керек, ішкі жағынан су тамшыларын фильтрленген қағазбен алып тастау керек.
 3. Дистирленген су мен пикнометрді таразы мен өлшеу керек (m_1)
 4. Су төгіп тастап пикнометрді құрғату керек.
 5. Зерттелетін үлгіні пикнометрге құю керек. Белгіге дейін жеткізіп, тамшыларды сүртіп тастау керек.
 6. Зерттелетін сұйықпен пикнометрді таразы көмегімен өлшеу керек. (m_2)
 7. Салыстырмалы тығыздықты есептеп алу керек.
- Өлшеулерді аналитикалық таразы мен 0,0001 дәлдікпен өлшеп алу керек.
- Судың 4 градус Цельсия температурадағы тығыздығы 1 г/см^3 , ал 20 градус Цельсия температурада $-0,66823 \text{ г/см}^3$.

Математикалық статистика әдісі мен эксперимент нәтижелерін өңдеу

Алынған нәтижелердің шын мәнімен шағатынын бағалау, заттын аз мөлшері мен алынғандағы өте маңызды болып табылады. Сондықтан эксперименталды нәтижелерін математикалық статистика көмегімен өңдейді. Статистиканың негізгі қасиеті-құбылыстар мен процестердің өзгеруі сандық тұрғыдан қарастыра отырып оның сапалық мәнін анықтау. Сапа- **әрбір сандық көрсеткіш өзіне тән ұғым түрінде берілуі**. Статистикада қоғамдық құбылыстар мен процестерді зерттеуде біртектес элементтерден тұратын көрсеткіштер **жиынтық бірлік**, ал олардың әрқайсысын сипаттайтын ортақ қасиеттер **белгі** болып табылады. Оның екі түрі бар: *сандық* және *сапалық*. Белгілер жиынтықтың әрбір бөлігінде әртүрлі мәнге ие болуы **өзгермелілік** деп аталады (вариация).

Қазіргі уақытта берілген түзу экспериментальды дүркін өлшемдердің өңдеуі біздің елімізде мемлекеттік стандартпен регламенттелінеді, яғни ортақ жағдайда көлденең кемшіліктің тәртібінің заңдылығының айқындалуын (заңның таратушылықтарын анықтау) және дөрекі кемшіліктердің шығарылуының статистикалық рәсімдерін алдын ала ескереді.

Берілген экспериментальды өңдеу практикасында өлшемдердің саны аз болатын жағдаймен (5-15 көтерілмейді) көп соқтығысады.

Мұндай жағдайларда толығымен шынайы жорамалмен көлденең кемшіліктің заң таратушылығы бірқалыпты болып табылады, ал дөрекі кемшіліктер айқындалмайды немесе анықталмайды және интуицияланып тасталынады. Берілген экспериментальды өңдеу практикасында өлшемдердің стандартқа сәйкес математикалық статистиканың теориялық жағдайына негізделеді, яғни олардың бағаларының орташа таратылуының сипаттамасының орнына анықталуды болжалдайды. Сонымен, математикалық күтудің орнына $M[X]$ (таратудың орташа заңының негізгі параметрі болып табылады), яғни жеке өлшемдердің айналасында топталатын нәтижелердің орташа арифметикалық

көрсететін бағасы анықталады:

$$M[X] \approx \bar{X} = \quad (2)$$

X_i – i өлшемінің нәтижесі;

n – өлшемдер саны.

Таратудың орташа заңының екінші параметрі-орташа квадраттық s ауытқуы, яғни математикалық күтуге қатысты жеке өлшемдердің нәтижелерінің серпілуін сипаттайды, формула бойынша бағамен анықталады:

$$s \approx S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{(n-1)}} \quad (3)$$

Нәтиженің орташа квадраттық ауытқуының бағасы мына формуламен анықталады:

$$S(\bar{X}) = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n(n-1)}} = . \quad (4)$$

Өлшеу әдістері және қателіктер.

Өлшеу-физикалық шамалардың мөлшерін тәжірибе жүзінде арнайы техникалық құралдардың көмегімен анықтау. Өлшеулер жалпыға бірдей өлшем бірлігімен жүргізілуі тиіс.

Өлшем бірлігі – біртектес, біркелкі шамаларды өлшейтін өлшегіш шама. Кеңес одағында 1963 жылдан бастап халықаралық бірліктер жүйесі СИ еңгізілген болатын.

СИ жүйесінің негізгі бірліктері: метр(м), килограмм (кг), секунд (с), ампер (А), кельвин (К), моль, кандела (кд). Қосымша бірліктер: радиан (рад), - жазық бұрыш бірлігі, стерadian (ср)-кеңістік бұрыш бірлігі.

Электр өлшеу құралдары-мөлшерленген қателіктері бар электрлік шамаларды өлшеуге арналған техникалық құралдар.

Өлшеу қателіктері.

Физикалық шамаларды өлшеу нәтижесінде олардың тек қана жуық мәні табылады. Өлшеу нәтижесінің өлшенетін шаманың шын мәнінен ауытқуы-өлшеу қателігі деп аталады.

Абсолюттік қателік: $\Delta = A_x - A$, мұнда A_x -өлшеу нәтижесі, A -өлшенетін шаманың *шын* мәні.

Салыстырмалы қателік: $\delta = \frac{\Delta}{A} 100, \%$

Өлшенетін шаманың шын мәні белгісіз болғандықтан, оның орнына нақты мәні пайдаланылады. Өлшенетін шаманың нақты мәні деп оның тәжірибе жүзінде дәлдік класы жеткілікті өлшеу құралының көмегімен

табылған мәнін айтады. Міне, сондықтан, тәжірибе жүзінде өлшеу қателігінің де тек жуық мәнін табуға болады.

Өлшеу құралының қателігін алдын-ала ескеру түзету енгізу арқылы жасалады.

Түзету-қарама-қарсы таңбамен алынған абсолюттік қателік.

Өлшеу қателіктері екі құраушыдан тұрады:

- 1) жүйелік қателік:
- 2) кездейсоқ қателік.

Жүйелі қателік деп белгілі бір шаманы қайталап өлшегенде тұрақты болатын немесе белгілі заңдылықпен өзгертін қателіктерді айтады. Жүйелі қателіктердің мысалы ретінде аспап шкаласын бөліктеу, яғни аспаптың шкаласына бөлік сызықтарын түсіру кезінде жіберілген қателікті айтуға болады, ондай қателікті анықтап, түзету енгізу арқылы жоюға болады.

Қоршаған ортаны, мысалы, температураның, кернеудің өзгеруі де жүйелі қателіктердің пайда болуына себеп.

Кездейсоқ қателіктер деп белгілі бер шаманы қайталап өлшеген кезде кездейсоқ өзгеріп отыратын қателіктерді айтады. Оларды тәжірибе жүзінде анықтап жою мүмкін емес. Мұндай қателіктердің пайда болу себебі де кездейсоқ болады, олар өлшеу құралының айналмалы бөліктері тіректерінің үйкелісі нәтижесінде пайда болуы мүмкін.

Кездейсоқ қателіктердің өлшеу нәтижесіне тигізетін әсерін бір шаманы бірдей жағдайда бірнеше рет өлшеу арқылы жоюға болады. Егер жүйелі қателік нольге жуық деп есептесек, онда өлшенетін шаманың әсіресе сенімді мәні бірнеше рет өлшеу нәтижелерінің арифметикалық орта мәніне тең:

$$A_{орт.ариф} = \frac{a_1 + a_2 + \dots + a_n}{n} = \frac{\sum a_i}{n},$$
 мұнда $a_1, a_2, \dots, a_n$ - әрбір өлшеудің нәтижесі: n - өлшеулердің саны.

Өлшеу нәтижесінің дәлдігін бағалау үшін кездейсоқ қателіктердің үлестірілу заңын білу керек, яғни өлшеулер нәтижесін ықтималдықтар теориясын пайдалана отырып өңдеу керек.

Кездейсоқ қателіктердің үлестірілу заңдары

1. Қалыпты заң. (Гаусс заңы)

Электрлік өлшеулер тәжірибесінде кездейсоқ қателіктердің әсіресе жиі кездесетін үлестірілу заңы-қалыпты заңның математикалық өрнегі мынадай:

$$P(\Delta) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\Delta^2/2\sigma^2},$$
 мұнда $P(\Delta)$ - кездейсоқ қателік ықтималдығының

тығыздығы; σ - орта квадраттық ауытқу. Егер $\Delta=0$,
$$P(\Delta) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}}$$

Орта квадраттық ауытқудың мәнін бақылау нәтижелерінің кездейсоқ ауытқулары ρ арқылы табуға болады:

$$\sigma \approx \sqrt{\rho_1^2 + \rho_2^2 + \dots + \rho_n^2} / n - 1, \quad \text{мұнда} \quad \rho_1 = a_1 - A_{opt}, \quad \rho_2 = a_2 - A_{opt}, \dots, \\ \rho_n = a_n - A_{opt}.$$

4-теңдеуге сәйкес келетін қисықтар 1-суретте көрсетілген. Оларды талдау нәтижесі төмендегідей. Неғұрлым σ аз болса, соғұрлым кішкентай кездейсоқ қателіктер жиірек кездеседі, яғни өлшеулер дәлірек орындалған. Қисықтар ординат осімен салыстырғанда беттес, себебі оң және теріс таңбалы қателіктер бірдей жиілікпен кездеседі. Мәні Δ_1 мен Δ_2 аралығындағы қателіктің кездесу ықтималдығы 1-суреттегі штрихталған учаскенің ауданы арқылы табылады.

Ол $p(\Delta)$ функциясынан анықталған интеграл түрінде есептеледі: $P = \int_{\Delta_1}^{\Delta_2} p(\Delta) d\Delta$.

Бұл интегралдың мәні әр түрлі шектер үшін есептеліп, математикалық анықтамаларда кесте түрінде келтірілген.

Қателіктің Δ_1, Δ_2 аралығында болуының ықтималдығы

$$P\left(\Delta_1 < \Delta < \Delta_2 = \frac{1}{2} \left[\Phi\left(\frac{\Delta_2 - a}{\sigma}\right) - \Phi\left(\frac{\Delta_1 - a}{\sigma}\right) \right] \right), \quad \text{мұнда} \quad \Phi(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_0^z e^{-z^2/2} dz.$$

Лаплас функциясының кестесінде келтірілген. Кестені пайдаланғанда, бұл функция тақ болғандықтан, $\Phi(-z) = -\Phi(z)$ екенін ұмытпаған жөн, *a-математикалық күтім*, ол жүйелі қателікке тең.

$P = \int_{-\infty}^{\infty} p(\Delta) d\Delta = 1$, яғни кездейсоқ қателіктің $\Delta_1 = -\infty$ пен $\Delta_2 = \infty$ аралығында кездесу ықтималдығы бірге тең, себебі кездейсоқ шаманың $]-\infty, \infty[$ аралығындақандай да бір мәнді қабылдауы ақиқат оқиға.

Ауытқудың абсолюттік мәнінің оң таңбалы Δ_1 санынан кем болуының ықтималдығы $P = |\Delta| < \Delta_1 = \Phi(\Delta_1/\sigma)$.

Мысалы, егер $\Delta_1 = 3\sigma$, онда $P(|\Delta| < 3\sigma) = \Phi(3) = 0,9973$. Егер ауытқудың абсолюттік мәні 3σ -дан артық болса, ондай қателік өрескел қателік деп аталады және өлшеу нәтижелерін өңдеу кезінде ескерілмейді. Бұл тұжырымды «үш сигма» ережесі деп атайды.

Сонымен, кездейсоқ қателіктің белгілі бір шектен аспауының ықтималдығын анықтауға болады. Мұндай ықтималдық *сенімді* ықтималдық (P), ал ауытқудың мәнін шектейтін интервал (мысалы симметриялы $\pm\Delta$) *сенімді интервал* деп аталады. Өлшеу нәтижесі төмендегідей түрде жазылуы тиіс: $A = A_{op} \pm \Delta$; P .

Бір қалыпты заң. Электрлік өлшеулер тәжірибесінде кездейсоқ қателіктердің бір қалыпты тығыздық заңы да әжептәуір жиі кездеседі.

Егер үздіксіз кездейсоқ шама Δ -ның барлық мүмкін мәндері a, b интервалында болса және осы интервалда тығыздық тұрақты $p(\Delta) = \frac{1}{b-a}$ мәнін сақтаса, ал осы интервалдан тыс жерлерде $p(\Delta) = 0$ болса, мұндай үлестірілу бір қалыпты заң деп аталады.

Өлшеу құралдарының қателіктері

ӨҚ-ның қателіктері әртүрі белгілері бойынша бөлінеді.

1. Өлшенетін шаманың уақытқа тәуелділігі тұрғысынан:

-статикалық қателік-уақытқа байланысты өзгермейтін шамаларды өлшегенде:
-динамикалық қателік-динамикалық режимдегі(яғни өлшенетін шама уақытқа байланысты өзгергендегі) қателік пен статикалық, яғни өлшенетін шаманың өлшеген кездегі қателігінің айырмасына тең.

2. Қателіктердің пайда болу жағдайына байланысты:

-негізгі қателік-қалыпты жағдайда қолданылып отырған ӨҚ-ның қателігі. Қалыпты жағдай ұғымына аспаптың көректі түрде орналастырылуы, қоршаған ортаның температурасы, ауа қысымы белгілі деңгейде болуы, жердің магнит өрісінен басқа сыртқы электр және магнит өрістерінің болмауы және т.б. жатады. Бұлардың бәрі «әсер етуші шамалар» деп аталады.;

-қосымша қателік -ӨҚ-ның қолданылу жағдайының қайсы бірінің қалыпты жағдайдан өзгеше болуы нәтижесінде пайда болатын қателік.

3. Электрлік өлшеу құралдарының қателіктері оларды өрнектеу әдісі бойынша төмендегідей болып бөлінеді:

-абсолюттік қателік $\Delta = X_a - X$, мұнда X_a -аспаптың көрсетуі, X -өлшенетін шаманың шын мәні:

-салыстырмалы қателік $\delta = \frac{X_a - X}{X} 100 = \frac{\Delta}{X} 100, \%$.

Бұдан бұрын айтылғандай, өлшенетін шаманың шын мәні белгісіз болғандықтан, оның орнына «нақты» мәнін алу керек;

-келтірілген қателік $\gamma = \frac{X_a - X}{X_N} 100 = \frac{\Delta}{X_N} 100, \%$, мұнда X_N -мөлшерлеуші мән.

Ноль белгісі шкаланың шетінде не одан тыс болса, мөлшерлеуші мән өлшеу диапазонының соңғы мәніне тең. Екі бағытты шкаласы бар, яғни ноль белгісі ортасында орналасқан шкаласы бар аспаптар үшін мөлшерлеуші мән өлшеу диапазондарының соңғы мәндерінің арифметикалық қосындысына тең.

Аспаптың абсолюттік қателігінің өлшенетін шамамен байланысы 2-суретте көрсетілген. Абсолюттік қателіктің шекті мәні $\Delta_{\max}$ оң және теріс таңбалы болуы мүмкін, бірақ олардың модульдері бірдей болады. Олардың өлшенетін шама X -ке тәуелділігі (1) түзулерімен сипатталады. Координаталар басынан өтпейтін (1) түзуінің теңдеуі екі тұрақты a және b коэффициенттерінің көмегімен өрнектеледі. $|\Delta_{\max}| = |a| + |bx|$, бұнда a -аддитивтік қателіктің шекті мәні, b -мультипликативтік қателіктің шекті мәні.

Аддитивтік қателіктің себебі-тіректердің үйкелісі, аспаптың көрсетуін дәл алмау, оның дірілдеуі, шулар. Аспаптың өлшей алатын және кіші шамасы осы қателікке байланысты.

Мультипликативтік қателіктің себебі-сыртқы факторлардың әсері және аспап тетіктерінің ескіруі.

Салыстырмалы қателіктің шекті мәні:

$$|\delta_{\max}| = \frac{|\Delta_{\max}|}{X} 100 = \left(\frac{|a|}{X} + |b| \right) 100$$

Аспаптардың дәлдік класы.

ГОСТ 8.401-81 аспаптардың дәлдік класын белгілейді. Дәлдік класы-аспаптардың жалпы сипаттамасы, ол негізгі және қосымша қателіктердің шекті мәндеріне байланысты.

Көпшілік стрелкалы және тіркеуші аспаптардың аддитивтік қателіктері мультипликативтік қателіктермен салыстырғанда әжептәуір көп, сондықтан, қателіктердің барлық мәндері (2) түзуілерінің (2-сур) арасында болады.

Осының нәтижесінде шекті абсолюттік және келтірілген қателіктер шкаланың куез келген нүктелерінде бірдей: мұндай аспаптардың дәлдік класы төмендегі қатардан алынған бір санымен белгіленеді:

$1 \cdot 10^n; 1.5 \cdot 10^n; 2 \cdot 10^n; 2.5 \cdot 10^n; 4 \cdot 10^n; 5 \cdot 10^n; 6 \cdot 10^n$ мұнда $n = 1; 0; -1; -2$ және т.т

Бұл аспаптардың шкаласының жұмысшы диапазонындағы процентпен көрсетілген негізгі келтірілген қателігі дәлдік класына сәйкес келетін мәнмен шектеледі.

Цифрлік аспаптар, көпірлер мен компенсаторлардың дәлдік класы бөлшек санмен көрсетіледі, мысалы 0,1/. Бұл аспаптардың аддитивтік және мультипликативтік қателіктері бір шамалас. Мұндай аспаптардың процентпен көрсетілген негізгі салыстырмалы қателігінің шекті мәні:

$|\delta_{\max}| = c + d \left(\left| \frac{X_c}{X} \right| - 1 \right)$, мұнда X_c -өлшеу диапазонының соңғы мәні; c және d тұрақты сандар, олардың қатынасы c/d -дәлдік класы. Дәлдік класы $c/d > 1$ болуы шарт.

Аспаптың дәлдік класы негізінде анықталған негізгі салыстырмалы қателіктің шекті мәні $|\delta_{\max}|$ бір секунд жүзіндегі негізгі қателіктен $|\delta_{\max}|$ артық не оған тең болуы керек.

Сондықтан, (9) және (10) теңдеулерден: $\left(\frac{|a|}{X} + |b| \right) 100 < c - d + \left| \frac{X_c}{X} \right| d$, ал бұдан $|a| < X_c d / 100; |b| < c - d \cdot \frac{100}{X}$.

Электр өлшегіш аспаптардың сипаттамалары.

1. Аспап көрсетулерінің вариациясы-өлшенетін шаманың бір мәнін өлшегендегі аспап көрсетулерінің ең үлкен айырмасы. Ол шкаланың тексеріліп отырған белгісіне стрелканы бірінші рет шкаланың басынан бастап, екінші рет шкаланың соңғы белгісінен бастап қозғалтып әкелу арқылы анықталады. Ол, шамамен, үйкеліс себебінде пайда болатын қателіктің екіге көбейтілген мәніне тең.

2. Сезгіштік. Электр өлшегіш аспаптың өлшенетін шаманы сезгіштігі:

$S = da/dx = F(X)$, мұнда a -көрсеткіштің ауысуы, оны шкала бөліктерінің санымен, не ұзындығымен, не өлшегіш механизмнің айналмалы бөлігінің ауысу бұрышы α -мен өлшеуге болады.

Аспап механизмінің өз сезгіштігі: $S' = d\alpha/dx$. Соңғы екі теңдеулерден аспаптың шкаланың берілген нүктесіндегі сезгіштігін анықтауға болады.

Егер сезгіштік тұрақты болса, яғни өлшенетін шамадан тәуелсіз болса, $S = a/X$. Мұндай аспаптардың шкаласы бір қалыпты болады.

Сезгіштіктің өлшем бірлігі өлшенетін шаманың өлшем бірлігіне байланысты, мысалы, вольтметрдің кернеуге сезгіштігі 10бөлік/В.

Аспап сезгіштігін сезгіштік табылдырығымен шатастыруға болмайды. Сезгіштік табалдырығы дегініміз аспап көрсеткішінің көзге көрінер өзгерісін тудыра алатын кіру шамасының ең кіші өзгерісі.

Кесте 1 Стюдент коэффициент мәндері

Өлшеулер саны, n	Рұқсат етілген кездегі t мәні:			
	P=0,95	P=0,98	P=0,99	P=0,999
2	12,7	31,8	63,7	636,6
3	4,3	7,0	9,9	31,6
4	3,2	4,5	5,8	12,9
5	2,8	3,7	4,6	8,6
6	2,6	3,4	4,0	6,9
7	2,4	3,1	3,7	6,0
8	2,4	3,0	3,5	5,4
9	2,3	2,9	3,4	5,0
10	2,3	2,8	3,3	4,8
15	2,1	2,6	3,0	4,1
20	2,1	2,5	2,9	3,9
25	2,0	2,5	2,8	3,7
30	2,0	2,5	2,8	3,7
40	2,0	2,4	2,7	3,6
60	2,0	2,4	2,7	3,6
120	2,0	2,4	2,6	3,4
∞	2,0	2,3	2,6	3,3

3. Бөлік бағасы (аспап тұрақтысы). $C = 1/S$, мысалы, жоғарғы аталған вольтметрдің бөлік бағасы $C = 0.1B/\text{бөлік}$.

4. Аспаптың тұтыну қуаты. Аспаппен әлсіз тізбектерде өлшегенде, ол тізбектің режимін өзгертіп, өлшеу қателігінің ұлғаюына себеп болады. Сондықтан, аспаптардың тұтыну қуаты неғұрлым аз болуы пайдалы.

5. Тынышталу уақыты. Электр өлшегіш аспапты электр тізбегіне қосқан уақыттан, оның көрсетуін алу мүмкін болғанға дейін біраз уақыт өтеді.

Көрсетудің орнықталу уақыты деген аспаптың тізбекке қосылуынан не өлшенетін шаманың өзгеруінен, аспап көрсеткішінің орнықты мәннен ауытқуы шкала ұзындығының 1,5% -нен аупауына дейінгі уақыт. Көрсетуші аспаптардың көбі үшін бұл уақыт 4 секундтан аспайды.

6. Аспаптардың сенімдігі. Бұл-аспаптың белгілі бір жұмыс жағдайында берілген уақыт мерзімінде қалтқысыз жұмыс істеу қабілетін сипаттайды.

Қалтқысыз жұмыс істеу ықтималдығы деп белгілі бір уақытта үздіксіз жұмыс істегенде бірде-бір рет істен шықпауының ықтималдығын айтады.

Мысалы, Э8027 амперметрлері мен вольтметрлерінің 2000 сағат қалтқысыз жұмыс істеуінің ықтималдығы 0,96.

Жалпы әрбір өндіріс орны өзі шығарған аспаптарға кепілді мерзім белгілейді және осы мерзім ішінде болған ақаулары тегін жөндейді.

Өлшеулердің өлшеу нәтижесін алу әдісі тұрғысынан топтастырылуы.

Тікелей өлшеу-нәтижесі бірден белгілі болады, мысалы токты амперметрмен, кернеуді вольтметрмен өлшегенде.

Жанама өлшеу-ізделіп отырған шама осы шама мен тікелей өлшеу нәтижелерінің арасындағы белгілі тәуелділікті пайдалана отырып есептеу нәтижесінде тағайындалады. Мысалы, тұрақты ток тізбектеріндегі қуат $P = U \cdot I$, мұнда кернеу вольтметрмен, ток амперметрмен өлшенеді.

Бақылау сұрақтары және тапсырмалары:

1. Өлшеудің қателігі дегеніміз не?
2. Жүйелі, кездейсоқ қателік дегеніміз ен?
3. Си (ХБЖ) жүйенің қай өлшем бірліктері негізгі болып табылады?
4. Өлшеудің қателігін қай тәсілдері мен азайтуғы болады?
5. Бір физикалық шаманың көпеселі өлшеулерді не үшін жасайды?
6. Көпеселі өлшеулердің кездейсоқ қателіктер қай формуламен анықталады?
7. Егер квадраттын бір жағынын өлшеу қателігі 1 пайыз болса, онда квадрат ауданын анықтай қателігі неге тең?
8. Егер шар диаметрді өлшеу қателігі 1 пайызға тең болса, ал пи саннын 3ке тең деп алсақ, онда шар көлемін анықтау кезіндегі қателік неге тең?
9. Дененің қандай да болсын параметрін анықтау кезінде максимал рұқсат етілген қателік немен анықталады?
10. Келтірілген параметрлердің қайсысын өлшеуге болады: ұзындық, жылдамдық, күш, масса, салмақ, период, энергия, ток күші, кернеу, көлем, аудан, радиус, диаметр?
11. Прибордық қателігі дегеніміз не оны қалай анықтауға болады?
12. Жанамалық өлшеулер кезінде абсолютті және салыстырмалы қателікті қалай анықтауға болады?
13. Өлшеу нәтижелері және қателіктері қалай жуықталады?

Тақырып 3 Градуирлеу график әдіспен ерітіндінің тығыздығы мен концентрациясын анықтау

Сабақтың мақсаты

Берілген жұмыста белгілі концентрациялары ерітінділер көмегімен калибрлілі графикті және белгісін ерітіндінің концентрациясын анықтау.

Базалық материал

Жұмысты сәттілі орындап тапсыру үшін концентрацияның негізгі өлшеу тәсілдерін және калибрлілі графикті құрастыруды білу

1. Концентрация дегеніміз не?
2. Концентрацияның қай түрлерін қолданады? Олардың өлшем бірліктері?
3. Концентрациясы қажетті ерітіндіні қалай жасауға болады?
4. Ерітіндінің тығыздығын өлшеуін қалай жасауға болады?
5. Жұмысты орындау кезінде қай техника қауіпсіздік ережелерін орындау қажет?
6. Ареометр көмегі мен сұйық тығыздығын өлшеу әдісін түсіндіріп беріңіз?
7. Химиялық ыдыспен жұмыс жасау ережелері?
8. Неліктен калибрлілі ерітінділерді талдаудың алдында жасау керек?
9. Концентрация дегеніміз не?
10. ерітіндінің концентрациясын білу үшін, біз қай формуланы қолдануымыз керек?
11. Концентрацияны өлшеу тәсілдері?
12. Градуирлеу дегеніміз не?
13. Ерітіндінің тығыздығын қалай өлшеп алуға болады?
14. Ареометр дегеніміз не?
15. C_x белгісіз концентрацияны қалай анықтауға болады?

Құрал-жабдықтар:

Ареометр, ерітінділерді даярлау ыдыстар, тұз, қант, дистилленген су

Жұмысты орындау тәртібі

1. Калибрлілі ерітінділерді даярлау үшін химикаттар құрамын есептеу. Компоненттер еру қабілеттілігіне байланысты химикаттар концентрациялары алынады. Қант және тұз үшін концентрациялары 10% ,15 %, 20 %, 30 % тең деп алынады.
2. Бір конценртациялы ерітінділердің бірнеше үлгілерін өлшеулерді жасау үшін даярлау керек.
3. Қажетті ареометрді алып, берілген температурада осы ерітіндінің тығыздығын өлшеу керек.
4. 2,3п. Концентрациялары басқа ерітінділер үшін қайталау керек.
5. Калибрлілі графикті құрастыру керек.
6. Белгісіз концентрациясы ерітіндіні даярлау керек. Ол үшін колбада концентрациялары әр түрлі ерітінділерді араластырып өлшеу үшін қажетті мөлшерде ерітіндіні алу керек.
7. Концентрациясы белгісіз ерітіндінің тығыздығын өлшеп, калибрлілі график көмегімен концентрацияны анықтау керек.

8. Өлшеулердің қателіктерін анықтау керек.
9. Жасалған жұмыс бойынша қорытындыны жасау керек.

Үй тапсырамасы:

Берілген тақырып бойынша глоссарий жасап екі септі шешу керек.

Бақылау сұрақтары мен тапсырмалар:

1. Ерітінді дегеніміз не?
2. Ерітілген зат дегеніміз не? Еріткіш зат ше?
3. Қаныққан ерітінді дегеніміз не? Қанықпаған ше? Аса қаныққан ше?
4. Біркомпоненталы жүйе дегеніміз не? Бинарлы ше?
5. Термодинамикада фаза дегеніміз не? Гиббс ережесін тұжырымдандар.
6. Жүйеде неше фаза және неше компонента: жабық колбада мұз кесегі тұз еретіндіде қалқып жүр?
7. Ерігіштік дегеніміз не?
8. Заттар ерігіштігі температураға қалай тәуелді?
9. Қысым өзгертуімен газ ерігіштігі қалай өзгереді?
10. Генри заңын тұжырымдандар. Ол қай ерітінділер үшін қолдана алады?
11. Ерітінділер үшін таратылу заңы неде?
12. Күй диаграммасы дегеніміз не? Екі зат қоспанын күй диаграммасын сызып беріңіз.
13. Кризистік температура дегеніміз не?
14. Осмос құбылысы дегеніміз не? Осмостық қысым дегеніміз не?
15. Вант Гофф заңын тұжырымдандар. Ол қай ерітінділер үшін қолдана алады? Неліктен?

Тақырып 4 Рефрактометрия әдісі көмегі мен зат концентрациясын зерттеу

Сабақтың мақсаты:

Берілген зертханалық жұмыста құрғақ заттардың мөлшерін анықтау әдісі мен әр түрлі азық-түлік емес тауарлардың сыну көрсеткішін рефрактометрия әдісі мен анықтау ұсынылады.

Реактивтер, ыдыстар, приборлар

Дистилленген су, (концентрациялары әр түрлі) этилді спирт, шыны таяқшалары, келтіруші бар пробиркалары, градуирлеу пипеткалары 10 см³, резеңке алмұрт, 100см³ конусты колбалары, әмбебап зертханалық рефрактометр УРЛ-3

Негізгі теориялық қағидалар:

Жарықтың екі орталар шекарасы арқылы, жарықтың олардағы таралу жылдамдықтары әр түрлі, ауысу кезінде оның таралу бағыты өзгереді. Бұл құбылысты сыну немесе жарықтың рефракциясы деп атайды. $n = \frac{c}{v}$

Мұндағы c - вакуумдегі жарықтың таралу жылдамдығы; v - берілген ортадағы жарықтың таралу жылдамдығы.

Ортаның салыстырмалы сыну көрсеткіші: $n_{21} = \frac{n_2}{n_1}$,

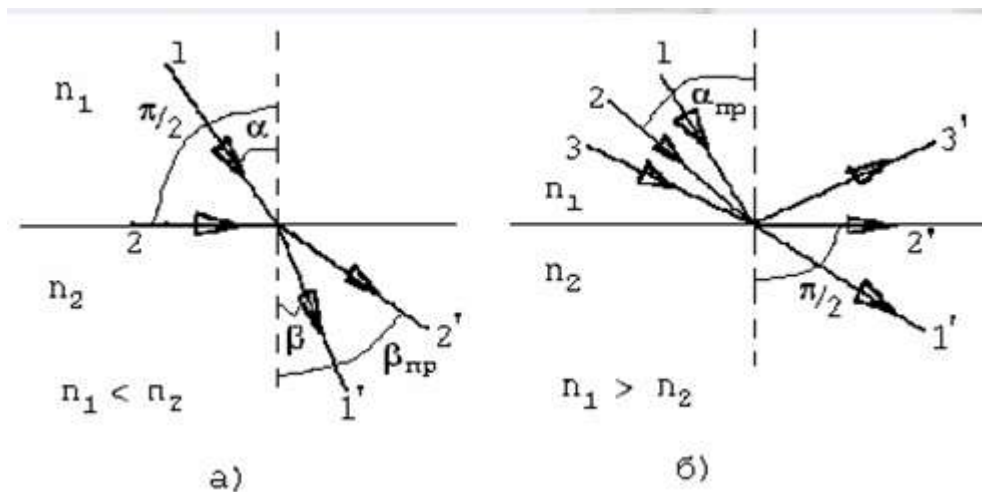
мұндағы n_1, n_2 - орталардың абсолютті сыну көрсеткіштері.

Жарықтың сыну көрсеткіші аз ортадан (оптикалық аз тығызды ортадан) үлкен сыну көрсеткіші ортаға (оптикалық тығызды ортаға) өткенде сәуленің түсу бұрышы сыну бұрышынан артық. (1а сур).

Егер орталар шекарасына сәуле мүмкін бола алатын ең үлкен $\alpha = \pi/2$ бұрыш жасай түссе, онда (сәуле орталар шекарасы бойымен жылжиды), онда ол $\beta_{np} < \pi/2$ бұрыш жасай сынады. Бұл бұрыш осы орталар үшін ең үлкен сыну бұрышы болып табылады және *сынудың шекті бұрышы* деп аталады. Жарықтың сыну заңынан мына шығады:

$$n_{21} = \frac{\sin\left(\frac{\pi}{2}\right)}{\sin \beta_{np}} = \frac{1}{\sin \beta_{np}} = \frac{n_2}{n_1}, \quad \text{осыдан} \quad \sin \beta_{np} = \frac{n_1}{n_2}$$

Егер жарық тығыздығы артық оптикалық ортадан тығыздығы аз оптикалық ортаға ауысатын болса, онда сыну бұрышы түсу бұрышынан артық болады. (1б сур). Кейбір α бұрышы мәнінде сыну бұрышы $\pi/2$ тең, яғни сыну сәулесі орталар шекарасымен сырғанап таралады.



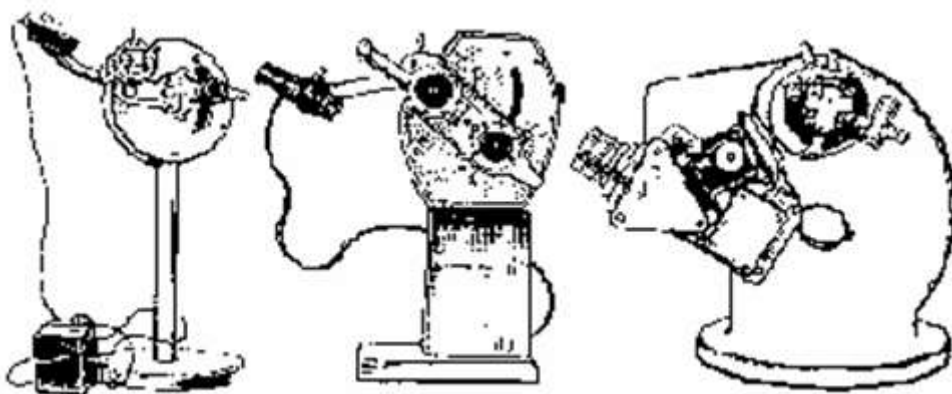
Сурет 5 –Шағылу құбылысы

Түсу бұрышын осыдан әрі арттырса, сыну пайда болмайды, түскен барлық жарық орталар шекарасынан шағылып кетеді (толық шағылу). α бұрышы толық шағылудың шекті бұрышы деп аталады және $\alpha_{\text{ш}}$ деп белгіленеді. Мына қатыс орындалатындықтан.

$$n_{21} = \frac{\sin \alpha_{\text{кр}}}{\sin \left(\frac{\pi}{2} \right)} = \frac{n_2}{n_1}, \quad \text{онда} \quad \sin \alpha_{\text{кр}} = \frac{n_2}{n_1}$$

Сондықтан, сынудың шекті бұрышы және толық шағылудың шекті бұрышы берілген орталар үшін олардың сыну көрсеткіштеріне тәуелді. Бұл зааттардың сыну көрсеткішін анықтау приборларында орын тапқан-оларды рефрактометрлер деп атайды. (сур2а-в)

Оларды судың тазалығын анықтау кезінде, қан сывороткасындағы жалпы белоктың концентрациясын, әр түрлі заттардың идентификациясын жасау үшін қолданылады. 6 суретте рефрактометр көрсетілген.



Сурет 6–Рефрактометр

Берілген жұмыста типі ПРЛ рефрактометр суретте көрсетілген. Бұл прибор жазық дөңгелекше қорап тәрізді корпуста тұрады, штативке орнатылған өте массивті негізі бар. Корпустың жоғарғы сол бөлігінде рефрактометрдің негізгі бөлшегі – призма 1 орналасқан. Призма екі тік бұрышты призмалардан тұрады, олар гипотенузаларымен қосылған және бос кожухтарға монтаждalған. Оның төменгісі корпуста қозғалыссыз бекітілген, ал жоғарғысы шарнирлер көмегімен артқа қарай ашылады. Екі призмада ауыршыныдан жасалған, сыну көрсеткіші 1,7 және жартыцилиндрлерге солай монтаждalған, қалай соңғыларды бір-біріне қарай және параллель орналасқан призмалар негіздерімен қосқан кезінде ені 0,15 мм -дей бос кеңістік қалады.

Бұл кеңістік өлшеулер жасалған кезде зерттелетін сұйықпен толтырылады. Әр бір жартыцилиндрдің сол жағында 2 тесік бар, ол арқылы 3 айнадан шағылған жарық 1 призмаға бағытталуы мүмкін. Призма арқылы жарық шоғы өз жолында тікбұрышты призманы кездестіреді, ол шоғының бағытын 90° өзгертеді және оны 5 көру трубасына бағыттайды.

Сұйықтың сыну көрсеткішін екі тәсіл көмегімен анықтай алынады. Бірінші тәсіл кезінде S жарық көзімен шығарлатын жарық сәулелер Z айна арқылы ABC призманың AB қабырғасына бағытталады. AB қабырғасымен сынған соң сәулелер ABC призмаға өтеді де AC қабырғаға жетеді. Бірақ бұл қабырға мөлдір емес шыныдан (матовое стекло) жасалғандықтан жарықтың шашырауын тұғызады, сәулелер сұйыққа кіреді де әр түрлі бұрыштарында DE қабырғасына жетеді. Ең үлкен бола алатын DE қабырғаға түсетін сәулелердің түсу бұрышы 90° -қа тең. Беттер бойымен DE сырғанау сәулелер сынудан соң жарықтың таралу шекарасын анықтайды.

Екінші тәсілінде S жарық көзімен шығарылған жарықтық сәулелер Z айна көмегімен DF қабырғаға түсіріледі. DF қабырға да мөлдір емес және сәулелер DEF призмаға әр түрлі бұрыштар арқылы түседі. Бұл жағдайда DEF призмаға кіретін және қабырғасына жете алатын сәулелер үшін тығыздығы артық оптикалық ортадан (шыны) тығыздығы аз оптикалық ортаға (сұйық) ауысуға тура келеді. Шекті бұрыштан DE бетке ABC призмаға және призмаға сол сәулелер ғана өтеді, ал шекті бұрышынан артық бұрыштары мен түскен сәулелер толық ішкі шығылған болады. Шекті бұрыш бағытына сәйкес келетін бағыттағы сәулелер сонымен жарық-көлеңке шекарасын анықтайды. Екі жағдайда да көру трубаның окулярінде ақ-күңгірт бөлікке бөлінген көрудің өрісі көрінеді. Осы аймақтар шекарасының орны шекті бұрыш шамасымен анықталады, демек сұйықтың сыну көрсеткішіне тәуелді болады. Сондықтан рефрактометр шкаласына бұрыштар емес сыну көрсеткіштер шамалары жазылған n .

Егер сұйық түссіз және әлсіз боялған болса, бірінші тәсіл қоданылады. Егер өте боялған, жарықты өте жұтатын сұйықтар үшін екінші тәсілді қолдану керек.

Жарықталынған және көру өрісінің қараңғы бөлігі арасындағы шекарасы егер монохромат жарық қолданылса, өте нақ болады. Егер монохромат емес жарық қолданылса, онда шекара әр түсті түстерге

бояланады, өйткені жарықтың әр түрлі толқын ұзындығының сыну көрсеткіші әр түрлі болады. Бұл кезде компенсатор көмегімен нақ шекарасын алуға болады

Рефрактометр мен жұмыс жасау ережелері:

Жұмысты бастаудың алдында рефрактометрдің ноль-пункт пернесін бұрып келтіру керек. Ноль-пункт бекітуін және рефрактометрде өлшеуін бір ғана температурада жасау керек.

Ноль-пункттың тексерісі мен өлшеуі дистирленген су бойынша жасалады. Дистирленген суды зерттеу кзінде жарық-көленке шекарасы 1,33299 шкала бөлігінде және 0 % құрғақ шкаласында тұру қажет. Ноль-индикатор орнатылуы дистирленген су бойынша келесі жолмен жасалады:

-жоғарғы камера әйнектен тігінді түсіру керек, төменгі камера әйнегі жабық тұру қажет;

-жоғарғы камераны ашып және оны дистирленген сумен тазартып немесе спиртпен өлшеуіш және жаытқыш призмаларды таза мата көмегімен құрғатып сүрту керек;

-таяқшаның ерітілген ұшымен өлшеуіш призма бетіне дистирленген судың бір-екі тамшыны тамызып жоғарғы камераны жабу керек;

-жарықты ығыстырып , жарық сәулесін камераның жоғарғы әйнегіне бағыттау керек.

-окулярды бар қолсабы көмегімен шкала бойынша жоғары және төмен бұрып (прибо ішінде қол саб мен бірге келтіруші механизмі де бұылады) көз өрісінде жарық-көленке шекарасын табу керек;

-жарық-көленке шекарасының айқындығы, шкала штрихтары және сеткадағы перектрестиясын көз бойынша реттеп, дисперсиялы компенсатор көмегімен жарық-көленке шкарасының боялғанын жойып тастау керек,

-жарықтыш рычагін бұрып осьтегі жарықтытқышты айналдырып макисмалды жарық –көленке шекарасының контрастығын келтіру қажет,

-жарық-көленке шекарасын тор перекестия центріне келтіріп (егер центр мен тордың перекрестиясын дәл келтірсе ол шкаланың 1,333299 және 0 % құрғақ зат шкаласынан өтетін болса, онда ноль-пункты дұрыс бекітілген).

Мөлдір сұйықтардың сыну көрсеткіштер өлшеуі дистирленген су өлшеуіндей жасалады, ноль-пунктты бекіткен соң; жарық-көленке шекараның тордың перектрестиясы мен дәл келтірген соң сыну көрсеткіш санауы жасалынады. Өлшеулерді үш ретқай талау керек.

Үш өлшеулердің орташа арифметикалық мәні нәтиженің соңғы өлшеуі болып табылады.

Өлшеулерді жасап болған соң жоғарғы камераны ашып, жуып тастап, жоғарғы және төменгі камера жазықтықтарын құрғақ қалпына дейін сүртіп тастап прибордың жоғарғы камерасын түсіру керек.

Боялтылған және мөлдір емес заттардың сыну көрсеткіштерін өлшеуі шағылған жарықта жасалады. Ол үшін төменгі камера әйнегі ашылады да жоғарғы камера әйнегі тігін мен жабылған болу керек. Төменгі кмарае әйнегіне жарық тан сәуле жіберіледі.

Боялған және мөлдір емес ерітінділердің сыну көрсеткіштері мөлдір ерітінділер үшін өлшеулердікіндей алынады.

Зат концентрациясын ерітіндінің сыну көрсеткіші бойынша келесі әдіспен анықтайды: калибрлі график бойынша, кестелер бойынша, рефрактометриялық фактор, қосқосымша әдісі бойынша.

Калибрлі график бойынша: концентрациясы белгілі (концентрация-сыну көрсеткіш) зат ерітінділері бойынша калибрлі график құрастырып, талдау жасайтын ерітіндінің сыну көрсеткішін өлшеп, графикте сол сыну көрсеткішін бойынша ерітіндінің концентрациясын анықтайды.

Кестелер бойынша: көп заттардың белгілі концентарциясына сәйкес келетін сыну көрсеткіштер мәндері анықталған кестелер бар, сол кестелерден анықтауға болатын әдіс.

Рефрактометрлік фактор арқылы:

Егер рефрактометриялық фактор белгілі болса, онда концентрацияны табу үшін келесі формуланы пайдаланады η_1 -ерітіндінің сыну көрсеткіші.

η_0 - еріткіштің сыну көрсеткіші.

F –зат концентрациясының 1% артқан кезде сыну көрсеткішінің артуын көрсететін рефрактометриялық фактор.

Факторды эксперименталды анықтайды немесе сыну көрсеткіштер кестесі бойынша. Мысалы, NaCl үшін рефрактометриялық фактор 4% -пайызды ерітіндінің $\eta_1=1,3397$ және 2% -пайызды ерітіндінің $\eta_2=1,3364$ бөлінген концентрациялар айырымына (2%-пайызға тең)

$$F = \frac{1.3396 - 1.3364}{4 - 2} = 0.00165$$

Қос қосымшалар әдісі: біріншіден зерттелетін ерітіндінің сыну көрсеткішін үш ретқайталануда анықтайды, содан соң концентрациясы белгілі зерттелетін денеге стандартты ерітіндінің кейбір көлемдерін қосады, үш рет қайталануда сыну көрсеткішін өлшей отырып.

η_x –талдау жасаланатын ерітіндінің сыну көрсеткіші,

–қосылымы бар стандартты ерітіндісі бар талдау жасалатын ерітіндінің концентрациясы,

- жалпы көлем есебі мен алғанда қосылғылар конценрациясы, %.

Жұмысты орындау әдістемесі

Тапсырма 1. Глицерин-су қоспаның құрамын градуирлеу график арқылы анықтау.

Тігіндері бар пробиркалар ға глицерин мен су қоспа ерітінділерін 3 кестеде келтірілген сәйкестікпен даярлау керек.

Кесте 2- Ерітінділерді даярлау үшін берілгендер

Глицерин, мл	Су, мл	Глицерин, мл	Су, мл
1,0	9,0	6,0	4,0
2,0	8,0	7,0	3,0
3,0	7,0	8,0	2,0
4,0	6,0	9,0	1,0
5,0	5,0		

Ерітінділерді мұқият араластырады, Таза глицерин мен судын, соны мен бірге қоспаның сыну көрсеткіштерін өлшейді. Алынған нәтижелерді 3 кестеге еңгізеді.

Тапсырма 2. Қосымша әдісі көмегімен глицерин концентрациясын анықтау.

1. УРЛ рефрактометрді дистирленген су арқылы юстирлеу керек.
2. Талдау жасалатын ерітіндінің су көсеткішін анықтайды.
3. 5 мл талдау жасалатын ерітіндіні пробиркаға пипетка арқылы ауыстырады, 1 мл стандартты глицерин ерітіндісін қосып, араластырады, сыну көрсеткішін өлшейді.
4. Бұл операцияны қайталадырып, 5 мл талдау жасалатын ерітіндісін қосып, оған сәйкес 2,3 мл глицериннің стандартты ерітіндісін қосады. Әр бір рет рефрактометрде сыну көрсеткішін өлшеп отырады.
5. Талдау жасаланатын ерітіндісіндегі глицерин концентрациясын мына формуламен есептеп табады:

η_x –талдау жасаланатын ерітіндінің сыну көрсеткіші,
 –қосылымы бар стандартты ерітіндісі бар талдау жасалатын ерітіндінің концентрациясы,

C_{қосым}

- жалпы көлем есебі мен алғанда қосылғылар концентрациясы,
 %.

Кесте 3. Этил спирт % мөлшері

Этил спир мөлшері, масс %	η_D^{20}	Этил спирт мөлшері, масс %	η_D^{20}
0	1,3330	45	1,3597
5	1,3362	50	1,3612
10	1,3396	55	1,3623
15	1,3433	60	1,3633
20	1,3470	65	1,3640
25	1,3504	70	1,3646
30	1,3525	80	1,3649
35	1,3559	90	1,3642
40	1,3560	100	1,3613

Егер 20 градус Цельсия температурадан басқа температурада сыну көрсеткіші анықталынса, онда оны 20 градус Цельсиядағыға келтіреді:

$\eta_D^{20} = \eta_D^t + \frac{\Delta\eta}{\Delta t}$, мұндағы: $\frac{\Delta\eta}{\Delta t}$ -температураның бір градусқа өзгергендегі сыну көрсеткіштің өзгерісі, η_D^{20} —20 градус Цельсия дағы сыну көрсеткіші, t —тәжірибе температурасы, .

Тапсырма 4. Парфюмді-косметикалық өнімдердегі глицерин мөлшерін анықтау.

Бұл тапсырманы орындау кезінде кез келген талдау жасалатын заттын құрамында глицерин қоспасының пайыздық мөлшеріне сәйкес сыну көрсеткіші әр түрлі болатындығына байланысты сан мәндері кестеде келтірілген

Зерттелетін ерітіндінің бір тамшысын рефрактометрдің төменгі призмасына тамызып сыну көрсеткішін өлшеп алады. Өлшеулерді үш рет жасап, сыну көрсеткішінің орташа арифметикалық сан мәнін есептеп алады. Глицерин мөлшерін 4 кестемен өлшеп алады.

Кесте 4-Глицерин мөлшері

Глицерин мөлшері, массалар %	η_D^{20}
0	1,3330
5	1,3388
10	1,3448
15	1,3511
20	1,3575
25	1,3640
30	1,3707
35	1,3774
40	1,3841

45	1,3909
50	1,3981
55	1,4055
60	1,4130
65	1,4204
70	1,4279
75	1,4353
80	1,4429
85	1,4508
90	1,4584
95	1,4660
100	1,4740

Тапсырма 5. Өсімдік май мен олифа сапасын анықтау

Сыну көрсеткіші, басқа физико-химиялық сыну көрсеткіштер мен салыстырғанда майлардың қышқылдандыру дәрежесін анықтауда да қолдана алады, ол арқылы өнімдердің сапасы анықталады. Қышқылдандыру тобын анықтау кезінде сыну көрсеткіші арта түседі.

Зерттелетін зат санағы сақтаудың ұзақ уақыты өткеннен кейін жақысылап араластырады. Рефрактометр призмасына 2..3 тамшы май тамызып сыну көрсеткішін өлшейді. Егер сыну көрсеткішін 20 градус Цельсия температурадан тыс шамасында анықтаса, онда оны 20 градусқа келесі формула мен келтіреді: $\eta_{\text{д}}^{20} = \eta_{\text{д}}^t + 0,00035 \cdot (t - 20)$

мұндағы $\eta_{\text{д}}^{20} - 20$ градус Цельсия дағы сыну көрсеткіші,
 $\eta_{\text{д}}^t$ - тәжірибе температурадағы сыну көрсеткіші,
t-дене температурасы,
0,00035- жаңа піскен майдың температуралық коэффициенті.

Екі майдың сыну көрсеткіш мәндерін сәйкес келтіріп қорытындысын жасандар.

Есеп берудің ресімдеуі

Тапсырма1. Өлшеу нәтижелерін 5 кестеге еңгізеді.

Кесте 5- Глицерин-су қоспаның сыну көрсеткішін анықтау нәтижелері.

Глицерин-су қоспаның №	Глицерин мөлшері %	Сыну көрсеткіштері			
		η_1	η_2	η_3	
су	0				
1	10				
2	20				
3	30				
4	40				
5	50				
6	60				

7	70				
8	80				
9	90				
глицерин	100				

Кесте берілгендері бойынша глицерин (%) -сыну көрсеткіш координаттарда калибрлі график сызады.

Талдау жасалатын ерітіндінің сыну көрсеткішін өлшеп график бойынша глицерин-су қоспаның құрамын анықтайды.

Тапсырма 2. Алынған нәтижелерді 5 кестеге еңгізеді.

Кесте 5- Ерітіндідегі глицериннің кейбір концентрациясындағы сыну көрсеткіштің анықталу нәтижелері

№	Ерітінді көлемі		Сыну көрсеткіштері				Талдауланған ерітіндінің концентрациясы C_x , %
	талдауланған	стандартты	η_1	η_2	η_3		
1	5	0					
2	5	1					
3	5	2					
4	5	3					
5							
6							
7							
8							
9							
10							

C_x тің 25-ші формуламен неше қосылым жасалды, сонша рет сан мәндерін формуламен есептеп, орташа сан мәнін табады.

Тапсырма 3. Этил спирттің алынған сыну көрсеткіші бойынша МЕСЖ(ГОСТ) қа сәйкес салыстырады.

Тапсырма 4. Алдынған глицериннің сыну көрсеткіші бойынша оның мөлшерін ГОСТ бойынша тексеріп алады.

Тақырып 5 Поляризация жазықтығының меншікті айналуын және қант ерітіндісінің поляриметр көмегімен концентрациясын анықтау

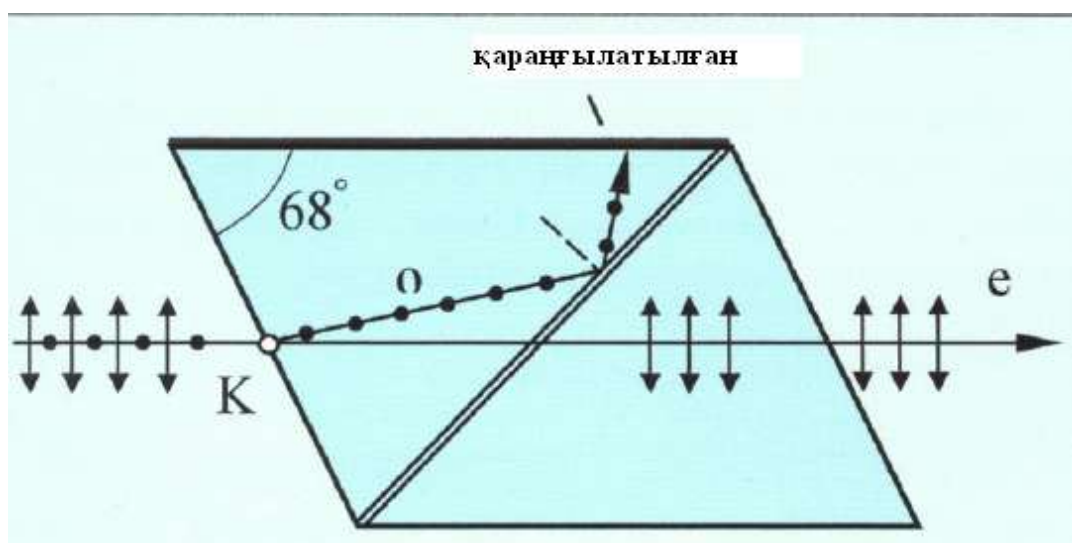
Сабақтың мақсаты:

Ортаның поляризация жазықтығының бұрылу құбылысын зерттеу және поляриметр көмегімен ерітіндідегі қант концентрациясын анықтау.

Теориялық мәліметтері мен берілгендер

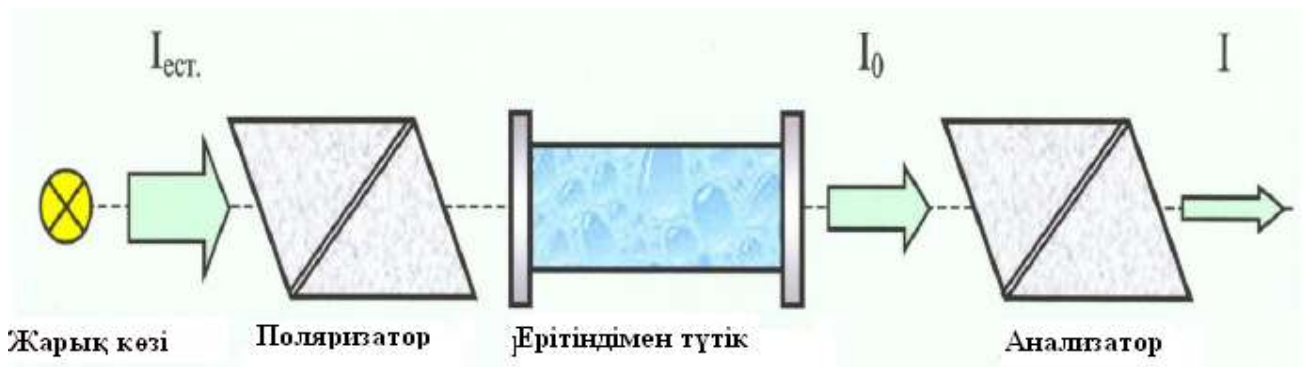
Екі сәулелі қосарланып сыну құбылысы нақ исланд шпаты кристалында өте ашық өрнектелген. Исланд шпаты біросьті кристалл, ол (CaCO_3 кальцит немесе ақ балшық шпаты) көмірқышқыл кальцийдің бір түрі.

Поляризацияланған жарықты алу үшін екі орта шекарасындағы шағылу және сыну және екі сәулелік қосарланып сыну арқылы алады. Поляризацияланған жарықты алу үшін поляризаторлар деп аталатын құрылғылар қолданылады. Әдетте, поляризацияланған жарықты алу үшін жеке кристалдары емес, олардың біріктірілген-поляризацияланған призмаларды қолдануға ыңғайлы. Ең бірінші кристалды поляризатор –Николь призмасы, немесе жай ғана николь, 1828 жылы исланд физигі Николь жасаған. Жазықполяризацияланған жарық алу үшін призма негізін олар қабырғалры мен 68° градус исланд шпатын жасағандай ұсақтап негізіне перпендикуляр бағытта призманы кесіп канад баззамы көмегімен жапсырады. Призманың бойлық қималары 7 суретте келтірілген.



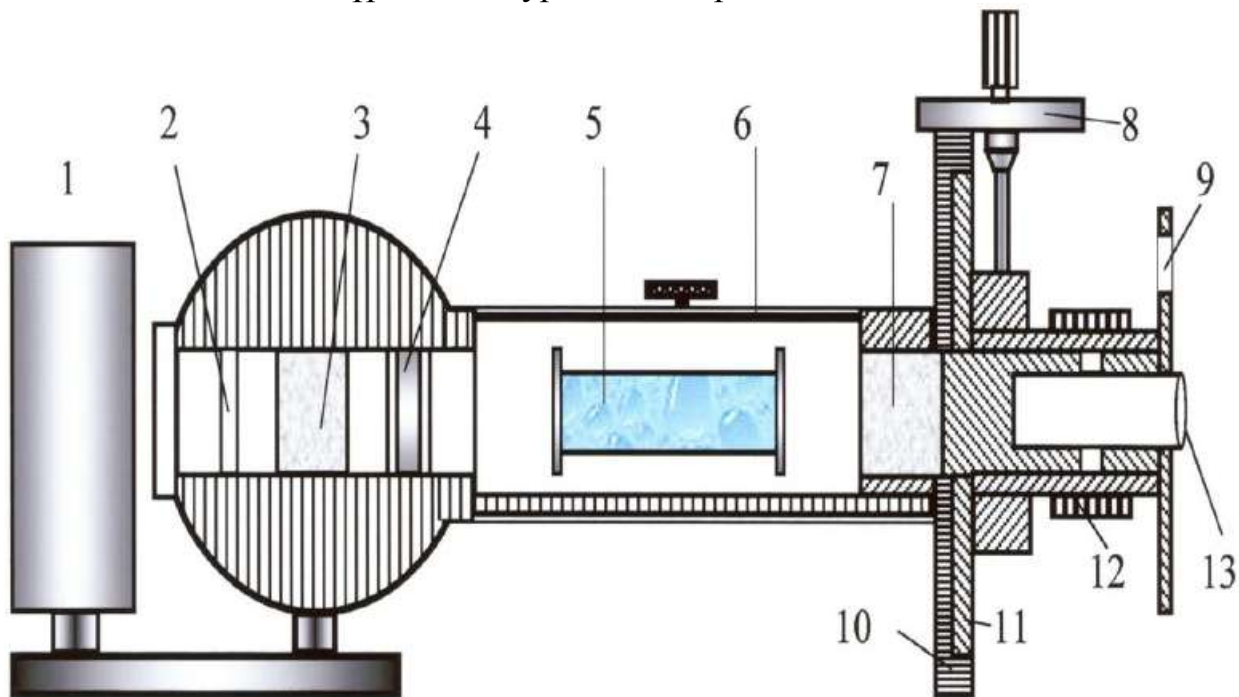
Сурет 7 – Жарық сәуленің қосарлануы

Келесі суретте поляриметрдің ішкі құрылысы келтірілген және табиғи жарықтың поляризацияланған жарыққа түрленіп жарықтың поляризатор мен анализатор арқылы өтуі келтірілген.



Сурет 8 - Поляриметр құрылысы

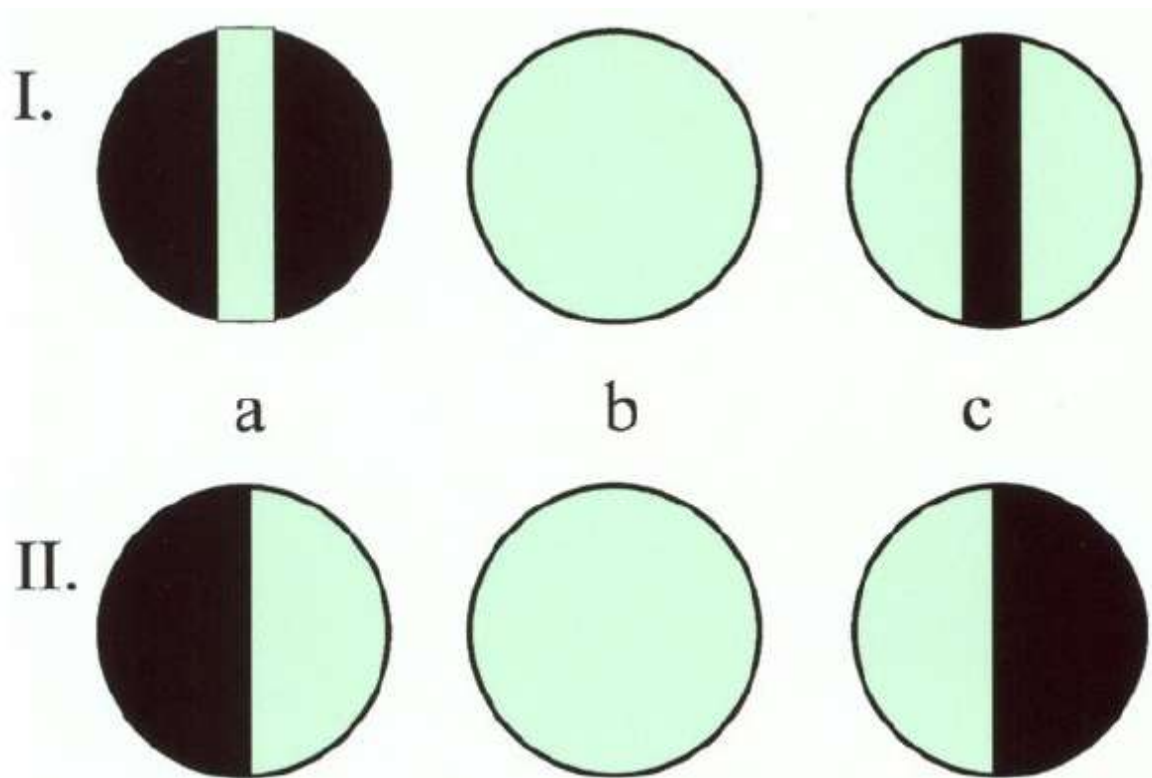
Поляримериялық талдау әдісінің жүзеге асыру құралы поляриметр деп аталады. Оның ішкі құрылысы суретте келтірілген.



Сурет 9 -Поляриметрдің оптикалық сұлбасы

Берілген әдісте қондырғы көрі өрісінің қараңғысына емес, салыстыру өрістерінің тең жарқырауына келтіріледі. Әдістің мағынасы мынада: Прибордың оптикалық сұлбасына , 3 поляризатордан және 7 анализатордан басқа ені үлкен емес 4 кварцты ластинасын ендіреді, поляризатор арқылы өткен сәулелерді кейбір «5 градус) шамадай поляризацияланған сәулелер жазықтығын бұратындай орнатады. Кварцты пластина 12 окуляр арқылы бақыланатын тек қана көрі өрістің орталық бөлігін жабатындай лынған. Көру өрістің бүйір бөліктері поляризатор арқылы өтетін жарықпен жарықтандырылады. Егер оның жазықтығын поляризатор жазықтығына перпендикуляр етін орналастырса, онда бүйір көру өрістерінде сөнеді, ал ортанғы бөлігі арқылы жарық өтеді (10 сур.1а қара). Анализаторды кейбір бұрышқа бұрған кезде ортанғы бөлігін сөндіріп алуға болады, онда бүйірлі

жақтары жарықталынады. (сур. 10-1с). Сонымен бірге анализатордын (сур.10-1в) ортаңғы және бүйірлі жақтары біркелкі жарықтандалған қалпын да табуға болады(жатылай көленкеге келтіру).



Сурет 10-Поляриметрдегі көру өрістері

Егер прибордын поляризатор мен анализатордын жартылай көленкіге қант ерітіндісін еңгізсе, онда көру өрісінің біркелкі жарықталыну қалпына келтіру үшін қант ерітінді арқылы өткен нәтижесінде поляризацияның бұрылу бұрышына тен бұрышқа анализаторды сол бұрышқа ғана бұру керек. болсақ,

Кейбір поляриметрлерде кварцты пластина көру өрісін жартысына дейін жабатындай орналасқан, Онда үштік емес екі еселі көру өрісі бақыланады. (сур 4-II), ал әдіс мағынасы өзгермейді.

Жарқыраудын теңдіктігі , көрі аймақтар шекарасы жоғалып кететін кезде, жарықталынудын минималдығы түскен кездегіден, жартылай көленкеге келтіруден дәлірек болып, дәлірек өлшеу нәтижелерін береді.

Жарық бірсыпыра кристалдардан, мысалы кварцтан, турмалиннан т.с.с. жалпы айтқанда анизотроп заттардан өткенде қосарланып мынады. Бірақ турмалин кристалының сыртына бір ғана сәуле шығады, өйткені екінші сәуле исландия шпаты қолайлы. Ол жұмсақ, мөлдір, минерал. Исландия шпатының кристалын ұрғанда ол ромбоэдр формалы болып оңай жарылады. Оны шектеуші параллелограмдардын доғал бұрышы 101 градус 52 минут, сүйір бұрышы 78 градус 08 минут болады. Осы ромбоэдрдің үш қыры түйіскен нүктеде әрқайсысы 10 градус 52 минут үш жазық бұрыш түзіледі, ромбоэдрдің мұндай төбесіндегі денелік бұрыш доғал болады. Ромбоэдрдің қарама-қарсы жатқан осындай екі доғал бұрышы жалғастыратын түзудің бағыты бойынша

түскен жарық сәулелері исландия шпатында қосарланып сынбайды. Бұл бағыт оптикалық ось деп аталады. Исландия шпаты, турмалын, кварц, апатит, циркон сияқты кристалдарда сәуле қосарланып сынбайтын осындай бағыт біреу ғана болады. Сондықтан мұндай кристалдар бір осьті кристалдар деп аталады. Ал гипс, слюда, топаз сияқты кристалдарда жарық сәулесі екі бағытта қосарланып сынбайды, демек бұлар екі осьті кристалдар болып табылады. Кристалға түскен сәуле мен сәуле түскен нүктеден өтетін оптикалық ось арқылы өтетін жазықтық кристалдың ұлы (бас) қимасы немесе ұла (бас) жазықтығы деп аталады.

Жарық сәулелерінің қосарланып сынуы. Жарық бірсыпыра кристалдардан, мысалы кварцтан, турмалиннан т.с.с. жалпы айтқанда анизотроп заттардан өткенде қосарланып мынады. Бірақ турмалин кристалының сыртына бір ғана сәуле шығады, өйткені екінші сәуле исландия шпаты қолайлы. Ол жұмсақ, мөлдір, минерал. Исландия шпатының кристалын ұрғанда ол ромбоэдр формалы болып оңай жарылады. Оны шектеуші параллелограмдардың доғал бұрышы 101 градус 52 минут, сүйір бұрышы 78 градус 08 минут болады. Осы ромбоэдрдің үш қыры түйіскен нүктеде әрқайсысы 10 градус 52 минут үш жазық бұрыш түзіледі, ромбоэдрдің мұндай төбесіндегі денелік бұрыш доғал болады. Ромбоэдрдің қарама-қарсы жатқан осындай екі доғал бұрышы жалғастыратын түзудің бағыты бойынша түскен жарық сәулелері исландия шпатында қосарланып сынбайды. Бұл бағыт оптикалық ось деп аталады. Исландия шпаты, турмалын, кварц, апатит, циркон сияқты кристалдарда сәуле қосарланып сынбайтын осындай бағыт біреу ғана болады. Сондықтан мұндай кристалдар бір осьті кристалдар деп аталады. Ал гипс, слюда, топаз сияқты кристалдарда жарық сәулесі екі бағытта қосарланып сынбайды, демек бұлар екі осьті кристалдар болып табылады. Кристалға түскен сәуле мен сәуле түскен нүктеден өтетін оптикалық ось арқылы өтетін жазықтық кристалдың ұлы (бас) қимасы немесе ұла (бас) жазықтығы деп аталады.

ПОЛЯРИЗАЦИЯ ЖАЗЫҚТЫҒЫНЫҢ БҰРЫЛУЫН ЗЕРТТЕУ ЖӘНЕ САХАРИМЕТР КӨМЕГІМЕН ҚАНТ ЕРІТІНДІСІНІҢ КОНЦЕНТРАЦИЯСЫН АНЫҚТАУ жұмыстың мақсаты: оптикаша актив заттардың жарық сәулесінің поляризациялану жазықтығын бұру құбылысына байланысты заңдылықтарды үйрену. Поляризациялану жазықтығын бұру құбылысы негізінде заттарға мөлшерлік анализ жүргізу әдісімен танысу (градуирлеу графигін тұрғызу және т.б.). Поляриметрлерді өлшеу жүргізуге дайындаудың негізгі әдістерін үйрену және өлшеу дәлдігін арттыруға ықпалын тигізетін жартылай көлеңкелік анализаторлар жасаудың принциптерімен танысу (көру өрісі интенсивтігінің өте аз және өте көп мәніне сәйкес келетін өлшеу дәлдіктерін салыстыру).

Қысқаша теориялық мәліметтері: табиғаттағы кейбір заттардан (орталардан) сызықтық поляризацияланған сәулелер өткенде оның поляризациялану жазықтығының белгілі бұрышқа бұрылу құбылысы байқалады. (Қосымша N5 жұмыстың 5.2.П қараңыз). Осындай қабілеті бар заттар оптикаша актив заттар деп аталады. Өздерінің мұндай активтігін кейбір денелер қатты күйінде көрсететін болса, кейбіреулері газ немесе сұйық

күйінде көрсетеді. Мысалы: мұндай қасиетті шарап қышқылы, скипидар, қант ерітіндісі (сұйық түрінде), кварц (қатты түрінде) және т.б. күйдегі денелер.

Поляризациялану жазықтығын бұруына қарай оптикаша актив заттар оңға бұратын және солға бұратын болып бөлінеді. Оптикаша актив кристалл денелерде жазық поляризацияланған сәулелер кристаллдың осі бойымен таралатын болса, олардың поляризациялану жазықтығының бұрылу бұрышының мәні (φ) кристаллдың қалыңдығына байланысты болады, яғни:

$[\alpha] \varphi = (\alpha, T) l$ (7.1) мұндағы $\alpha(T)$ - қалыңдығы $l=1$ мм температурасы T , оптикаша актив ортадағы (кристаллдың, қант ерітіндісінің) толқын ұзындығы болатын поляризацияланған жарық сәулесінің поляризациялану жазықтығын бұру бұрышының сан мәніне тең шама. Бұл шаманы оптикаша актив орталардың ``бұру қабілеттілігі`` немесе ``бұру тұрақтысы`` деп атайды, яғни ортаны сипаттайтын тұрақты шама деп атайды. $S \varphi N K 1 N 2 O 1$ 7.1-сурет.

Поляризация жазықтығын бұру құбылысын зерттеуге арналған қарапайым қондырғының схемасы Поляризация жазықтығының бұрылу құбылысын бақылау 7.1 суретте схемасы көрсетілген қондырғы көмегімен іске асырылады. Қондырғыда көрсетілген: S-жарық көзі (монохромат жарық көзі болуы мүмкін), N 1 - поляризатор, SO- поляризацияланған жарық сәулесінің таралу бағыты, N 2 - анализатор; ол SO-осіне перпендикуляр жазықтықта орналасқан айналмалы қозғалыс жасай алатын және бұрылу бұрышын өлшеуге арналған шкаламен жабдықталған; K-оптикаша актив орта (кристалл, ерітінді және т.б.), яғни зерттелетін орта, l -оның қалыңдығы. Егер, қондырғыдағы актив ортаны қоймай немесе алып тастап, яғни қондырғыда тек анализаторды N 2 және поляризаторды N 1 қалдырып, онан өткен сәулелердің экрандағы көрінісін бақыласақ, яғни N 2 анализаторды SO осінің айналасында толық бір рет айналдырсақ ($\alpha = 360^\circ$) экранда пайда болған жарықтың көріну өрісі екі рет күшейіп, екі рет нольге айналғанын көреміз.

Бұл жағдайды былай түсіну керек: 1. Жарық көзі S тен таралған SO сәулесі поляризатордан (N 1) өтіп жазық поляризацияланады, яғни анализаторға поляризацияланған жарық сәулесі келіп жетеді.

Анализаторды (N 2) SO осінің айналасында $\alpha=360^\circ$ бұрышқа бұрғанда анализатор мен поляризатордың жарық сәулесін өткізу жазықтықтары екі рет сәйкес келеді (параллель) де екі рет бір біріне сәйкес келмейтін (перпендикуляр) болады. Өткізу жазықтықтары сәйкес келгенде экранға дейін сәуле жететін болады да, сәйкес келмеген жағдайда сәуле экранға дейін жете алмайтын болады.

Сондықтан, екі рет экранда жарықтың көріну өрісінің интенсивтігі ең көп (үлкен) мәнге және екі рет ең аз мәнге ие болады. Ал, егер енді осылай бақылауды, анализатор мен поляризатор арасына оптикаша актив дене (орта) орналастырып қарастырамыз. Бұл жағдайда актив дене поляризацияланған сәуленің поляризациялану жазықтығын? бұрышына бұрғаны байқалады.

Бұрылған бұрышының мәні оптикаша актив ортаның (қант ерітіндісінің) концентрациясына және оның қалыңдығына тура пропорционал болатындығы

анықталған, яғни мұндағы $[\alpha(\lambda)]$ $[\alpha(\lambda, T)]$ $\varphi = 1$ С (7.2) T - бұрылу тұрақтысы (меншікті бұрылу) деп аталады. Оның мәні ерітінді арқылы өтетін жарық шоғының толқын ұзындығына және ерітіндінің температурасына T шамаларға тәуелді болады. Сондықтан есептеу үшін бақылауды жүргізу қабылданған. (Бұл натрийдің ұзындықтарының орташа мәні болады). толқын ұзындығы $\lambda = 589,3$ нм монохромат жарық үшін D 1 және D 2 сары сызықтары толқын.

Түрлі жылдамдықпен таралатын бірі оңға қарай айналатын, екіншісі солға қарай айналатын екі дөңгелекше поляризацияланған сәулелердің қосындысынан тұратын жазықша поляризацияланған сәуленің оптикаша актив орта арқылы өткендегі поляризациялану жазықтығының бұрылу табиғатын бірінші болып жорамалдап түсіндірген Френель болды. Осы жорамал бойынша талдауды мынадай ретпен қарастырамыз: Кварц пластинкасы арқылы өткен жазық поляризацияланған сәуленің тербеліс амплитудасының векторы A екі векторға, яғни $A +$ (оңға) және $A -$ (солға) бұраушы векторлардың амплитудаларына жіктеледі. Егер дөңгелектербелістердің таралу жылдамдықтары әртүрлі болса, $A +$ дөңгелек тербелістің кристалдан шыққанда фазасы бойынша $\psi_1 + \pi/2$ бұрышқа кешігетін болады, ал $A -$ тербеліс $\psi_1 - \pi/2$ бұрышына кешігетін болады. Мұндағы, 1 кристалл пластинканың қалыңдығы, $+$ және екі дөңгелек тербелістердің кристалдағы толқын ұзындықтары.

Егер, пластинканың қалыңдығы фазасының кешігу бұрышы $\psi_+ = 2\pi$ шамаға еселенуге сәйкес болса, онда $A +$ векторының кристалдан шығар жердегі жағдайы 7.2-суретте көрсетілгендей болады, яғни ол өзінің бастапқы жағдайына келіп тұратын болады, ал $A -$ векторы болса жаңа жағдайға келеді, себебі ψ_+ векторының жаңа жағдайы бастапқы жағдайымен салыстырғанда белгілі бір бұрышқа бұрылып тұрады, яғни $\psi_+ = \psi_1 + \psi_2 = 2\pi l$ () Қорытқы вектор A бастапқы жағдайынан басқа жағдайға орналасады, яғни бастапқы жағдаймен салыстырғанда φ бұрышына ауысатын болады: $\psi_1 - \psi_2 = \pi$

$2 +$ Оңға және солға айналдырушы дөңгелек бойынша поляризацияланған сәулелер үшін сыну коэффициенттері (n_+ және n_-) шамаларын енгізетін болсақ, онда енгізуге болады; $n_+ - n_-$ және $n_+ + n_- = 0$ қарастырылып отырған вакуумдегі жарық толқынының ұзындығы. болады. Мұндағы $0 - 581 \text{ \AA}$ $A + \varphi A A +$ Кристалға ену кезеңі Кристалдан шығу кезеңі сурет. Поляризациялану жазықтығының бұрылу құбылысын түсіндіруге арналған сурет Жоғарыда табылған $+$ және мәндерін формуласына қойып, φ мәнін анықтаймыз: $\varphi_1 = \pi(n_+ - n_-)d/\lambda$ (7.4) (7.1) және (7.4) формулаларын салыстырып отырып бұру қабілеттілігін анықтаймыз: $\pi(n_+ - n_-)d/\lambda = \varphi$ Френель өзінің болжамын (жорамалын) жазықша поляризацияланған жарық шоғын үш бөліктен тұратын күрделі призмаға бағыттай отырып тексерді.

Призманың екі шеткі құраушылары оңға айналдырушы, ал ортадағы құраушы солға айналдырушы кварцтардан тұрады. Бірінші призмада сәуле сынбай таралады. Бірінші және екінші призмалар шекарасында жарық шоғының екіге бөлінуі яғни бағыттары екі түрлі сәуле пайда бола бастайды,

себебі, жорамал бойынша жарық жазық- поляризацияланған жарық шоқтарына бөлінгенде, оңға және солға айналдырушы дөңгелек тербелістердің сыну 0көрсеткіштері әртүрлі болғандықтан осындай құбылыс пайда болады.

Екінші және үшінші призмалардың шекарасында жарық шоғының бөлінуінің бағыты одан әрі алшақтай түседі. Күрделі призмадан шыққан айналу бағыттары оң және сол екі дөңгелекше поляризацияланған сәулелер шығады деп жорамалданған болатын. Френель тәжірибесінде бұл жорамал толығымен расталды сурет. Оңға және солға айналдырушы кварцтан тұратын күрделі призмадан өткендегі сәуленің бөлінуі

Екі циркуляр-поляризацияланған компоненттердің таралу жылдамдықтарының әртүрлі болуы және қарастырылып отырған бағыт бойындағы кристалл иондарының ерекше орналасуында бұл құбылыс осындай болып көрінеді.

Мысалы, S_1 ++++ және O -- иондары кристалдың бас осінің айналасында винттік сызық бойына орналасқан болады және айналу асимметриясы кварцта винттік сызығы оң да сол да болып кездеседі. Осымен қатар поляризация жазықтығының айналуын (бұрылуын) симметрия центрі де жоқ және симметрия жазықтығы да жоқ анизотроптық молекулалардың әсерінен деп түсіндіруге болады.

Жартылай көлеңкелі поляризаторды жасау принципі Поляризациялану жазықтығының бұрылу құбылысын бақылау үшін 7.1- суретте көрсетілген схеманы іс жүзінде қолдануға болмайды Себебі, жазықтықтың бұрылу бұрышын өлшеу дәлдігі өте төмен. Өйткені адам баласының көзі көру өрісінің толық қараңғылануына сәйкес келетін анализатордың қалпын өте дәл анықтай алмайды. Сондықтан іс жүзіндежартылай көлеңкелі поляриметрлер (сахариметрлер) қолданылады. Бұларда екі жартыдан тұратын көріну өрісін теңестіру әдісі қолданылады.

Жартылай көлеңкелі поляриметрлер поляризация жазықтығының бұрылуын $\varphi = \pm 001$, 0 дәлдікке дейін өлшеуге мүмкіндік береді. Жартылай көлеңкелі поляриметрлерде поляризатордан шыққан жарық шоғы поляризацияның түріне байланысты көріну өрісінде екі жартыға бөлінеді, кейбір құралдарда көру өрісі үшке бөлініп те көрсетіледі. Шоқ бөліктерінің поляризациялану жазықтықтары (P_1 және P_2) арасындағы бұрыш аралығында болады сол жағы.

Поляриметрлердегі көріну өрісінің түрі P_1 C P_2 $CU-1$, $CU-2$. CM , $П-161$. P_1 P_2 P_1 P_2 P_1 P_2 C 1 P сурет. Жартылай көлеңкелі поляриметрлердің жұмыс істеу принципін түсіндіруге арналған сурет.

Егер мұндай жарық шоғын поляризация жазықтығы P_1 ге перпендикуляр болатын анализатор арқылы өткізсек, көріну өрісінің сол жақ бөлігінің жарықталынуы нольге тең болады да оң жақ бөлігінікі нольден басқаша болатындығы байқалады.

Анализатордың поляризациялану жазықтығы P_2 жазықтығына перпендикуляр болса, онда алғашқы көріну керісінше болып байқалады. Егер анализатордың поляризациялану жазықтығы A CC_1 болса немесе A C CC_1

болса, онда көріну өрісінің жарықталынуы біркелкі болады (мұндағы СС 1 - Р 1 және Р 2 поляризациялану жазықтықтарының арасындағы бұрышқа жүргізілген биссектрисаның бағыты). Бірінші жағдайда (А СС 1) көрінуөрісінің жарықтылығы екінші жағдаймен (А СС 1) салыстырғанда әлдеқайда аз болады.

Бұл бүкіл көріну өрісінде болатын өзгерістерді байқауға, яғни қондырғының фотометрлік тепе-теңдігін дәлдеп орнатуға қатысты өте қолайлы жағдай болып саналады, өйткені бақылаушының көзі жоғарғы интенсивтілікке қарағанда төменгі интенсивтіліктің өзгерісіне сезімтал болады.

Поляриметрлер (сахариметрлер) құрылысы Қазіргі кезде өлшеу және зерттеу жұмыстарына қолданылып жүрген құралдардың принциптік оптикалық схемасын келтіреміз. Ықшамды поляриметр П-161 және дөңгелек СМ поляриметрі (7.5 а-сурет), әмбебап сахариметр СУ-2 немесе СУ-3. Суреттердегі 2-жарық фильтрі, 3-поляризатор, 4-көріну өрісінің ортасындағы сәулелердің жолына қойылатын жұқа кварцтан жасалынған пластинка П-161, СМ а СУ-2, СУ-3 б сурет.

Поляриметрлердің (сахариметрлердің) принциптік оптикалық схемалары Кристалл пластинкада сәуле оның оптикалық осіне параллель өтеді. Демек жарық шоғының шеткі жақтарына қатысты салыстырғанда орталық бөлігі үшін поляризация жазықтығының бұрылуы еркін болады. Қалыңдығы, жарық шоғы орталық бөлігінің поляризациялану жазықтығының бұрылу бұрышы φ оның шеткі бөлігінің поляризациялану жазықтығымен салыстырғанда $\varphi = 5-7^\circ$ болатындай, кварц пластинка 4 таңдалып алынады. (Көріну өрісі 4-суретте (оң жағында) көрсетілгендей болады).

5-зерттелетін сұйық үшін арналған кювета, 6-анализатор, оны бұрай отырып өріс көрінісінің жарықталынуын теңестіруге болады, 7-кварц пластинкаға 4 фокусталған көру трубасы. Николь - оптикаша активті денелердің (орталардың) поляризациялану жазықтығын бұру бұрышын өлшеуге арналған, дөңгелек айналмалы нониуспен жабдықталған, шкаласы бар өлшеуіш аспаптардың анализаторы. П-161 поляриметр шкаласы бұрылу бұрышын 20° қа дейін өлшеуге мүмкіндік береді (оңға және солға қарай).

Негізгі шкаланың бөлік құны 1° , нониусты пайдаланудың арқасында өлшеу дәлдігі $0,1^\circ$ қа дейін өседі. СМ поляриметрдің шкаласы 0° дан градус аралығында болады. Бұл анализаторды бұрышқа айналдыруға мүмкіндік береді. (Дөңгелек поляриметр деп аталуы да осыдан). Нониусты пайдаланып өлшеп алу нәтижесінің дәлдігін $0,05^\circ$ градусқа дейін жеткізуге болады. Мұнда екі нониус бар, өте үлкен бұрышқа бұрылу жағдайында есептеуге есепке алу үшін екі нониус бойынша өлшеу жүргізіледі. дөңгелек эксцентриситетін СМ дөңгелек поляриметрінің өзінің жеке жарық көзі 1 болады (60 Вт, 220В қыздыру лампасы).

Жеңіл көшірілетін П-161 поляримет-рінің жеке өзінің жарық көзі болмайды, бірақта кез келген жарық түссе ол жарықты пайдалануға арналған айна мен жабдықталған. Бұл айна құралдың оптикалық осі бойымен

бағытталып тарайтын жарық береді. Әмбебап СУ-2 сахариметрдің принциптік схемасы 5-суретте көрсетілген. Жарық көзі 1 ден жарық сәулесі 2 жарық фильтріне түседі, одан өтіп николяға-поляризатор 3 ке жетеді. Одан әрі сәуле жолына 4 бикварц пластинка орналастырылған, ол оңға және солға бұрайтын кварцтары бар екі жарты дөңгелек элементтерден тұрады. Пластинкаларды құрастырған желім орны көру өрісінің ортасынан вертикаль бағытта өтеді.

Бикварц пластинаның қалыңдығы оның әрбір жартысының поляризациялану жазықтығын бұруы бір-бірімен салыстырғанда $\phi =$ болатындай етіліп алынады

Одан әрі сәуле жолына: 5-зерттелетін сұйық құйылған кювета, 6-солға бұраушы кристаллдан қозғалмалы кварцтан жасалған сына тәрізді пластинка, 7- шыныдан жасалған қарсы сына, 8-оңға айналдыратын кварцтың қозғалмайтын сынасы, 9-анализатор, 10-бикварц пластинкасына фокусталған көру трубасы орналастырылады. Оптикаша актив зат құйылған кюветаның поляризациялану жазықтығын бұрған бұрышын 6-қозғалмалы кварц сына компенсациялап отырады.

Қозғалмалы кварц сынаның қозғалуының шамасы шкалаға фокусталып зерттелетін ертіндінің поляризациялану жазықтығының бұрылуын ертінді концентрациясымен байланыстырып анықтайтын болады. Айта кету керек, СУ- 2 сахариметрде халықаралық қанттың шкала (0 S) қолданылады S шкала мәні 34,62 дөңгелектік градусқа сәйкес келеді. Өлшеу шектері тан S аралығы ($^{\circ}$ + $^{\circ}$ -оңға бұрау, $^{\circ}$ - $^{\circ}$ -солға бұрау). Өлшеу жүргізу дәлдігі нониусты пайдаланғанда 0,1 0 S қа жетеді. СУ-2 (СУ-3) құралының анализаторы П-161 және СМ поляриметрлерінің анализаторларына қарағанда қозғалмайтын болады. СУ-2 сахариметрі үшін қолданылатын жарық көзі қуаты 12 Вт, кернеуі 12 В айнымалы электр тоғына қосылатын лампа. Жоғарыда айтылған поляриметрлердің жалпы түрі 7.6, 7.7 және 7.8- суреттерде көрсетілген.

П-161 поляриметрінің жалпы түрі Мұнда: 1-жарықталуға арналған айна, 2-жарық фильтр орналастырылған поляризатордың камерасы, 3-ерітінділерге арналған трубка, 4- анализатор орналасқан камера, 5- есеп алуға ыңғайланып жасалынған окуляр (қатпарланған окуляр венчигін айналдыру арқылы шкаланың айқын көрінуіне мүмкіндік жасай алуға болады), 6- анализатордан өткен сәулені бақылауға арналған окуляр, 7-қатпарланған венчик, оны айналдыру арқылы окулярды кварц пластинкаға фокустауға болады, 8-анализаторды айналдыруға арналған венчик.

Дөңгелек СМ поляриметрінің жалпы көрінісі Мұнда: 1-жарықтандырғыш, 2-поляризатор камерасы, 3-ішінде зерттелетін қант ерітіндісі бар трубкаға арналған камера, 4-жартылай көлеңкелі анализатор орналасқан камера, 5-шкала нониустарынан поляризациялану жазықтығының бұрылу бұрышын санап алуға арналған диаметрлі орналасқан екі лупа, 6-поляризатордан өткен сәулелерді бақылауға арналған окуляр, 7- окулярды кварц пластинкаға ілгерілемелі қозғалысымен фокустаушы муфта, 8- көріну өрісіндегі фотометрлік теңділікті орнату үшін анализаторды бірқалыпты қозғалысқа келтіруші фрикцион, 9-шкаласы 0 0 тан қа дейін өзгертін лимб, 10- бөлігінің құны 0,05 0 болатын диаметрлі орналасқан екі нониус.

СУ-2 әмбебап сахариметрдің жалпы көрінісі Мұнда: 1-жарықтандырғыш, 2-поляризатор камерасы, 3-ішінде зерттелетін қант ерітіндісі бар трубкаға арналған камера, 4-жартылай көлеңкелі анализатор орналасқан камера, 5-сына қозғалысын есептеуге арналған окуляр (пластинка қалыңдығын өлшеуге арналған окуляр), 6-поляризатордан өткен сәулені бақылауға арналған окуляр, 7-бикварц пластинкаға окулярды фокустаушы айналатын қатпарланған венчик, 8-қалыңдығы айнымалы пластинканың қалыңдығын өзгерту үшін қолданылатын тұтқа

Поляриметрді өлшеуге дайындау СУ-2 және СМ поляриметрлеріндегі жарық беретін жүйені іске қосамыз, ал егер П-161 пайдаланатын болсақ, онда құралдың жарық беруші айнасының бағдарын түсетін жарыққа байланысты өзгерте отырып, айнадан шағылған жарық құралдың оптикалық осі бойынша таралатындай жағдай жасау керек. Осыдан соң өлшеуіш құралдың негізгі окулярынан көріну өрісінде бикварц (кварц) пластинка анық көрінетіндей болуы керек. Мұны анықтау 7- тетікті пайдалану арқылы орындалады.

Сонымен қатар 5 окуляр (лупа) өлшеуіш құралдың шкаласы анық көрінетіндей етіп қойылуы керек. Осыдан соң өлшеуіш құралдың нольдік нүктесі тексеріледі. Оптикалық активті зат құйылатын кювета жоқ кезде көріну өрісінің

Қант ерітіндінің меншікті бұрылуын анықтау.

1. 50 мл ден концентрациясы белгілі 3-5 ерітіндіні дайындау керек. Оларды ұзындығы белгілі түтікшелерге құю керек.
2. Жарық көзін қосып, көрі трубасы арқылы үш еселі көру өрісін бақылауымыз керек(немесе екі еселі, поляриметр типіне байланысты).
3. Анализатордың фрикционын бұрып көру өрістің біркелкі минимал жарықтауын алу керек.
4. Анализатор қалпын лимб және нониус бойынша есептеуін жасау керек - φ_1
5. Поляриметрге ұзындығы белгілі қант ерітіндісі бар түтікті орналастыру керек, және фрикционды бұрып барлық көру өрісінің минимал жарықталуын алу керек.
6. анализатор қалпын лимб және нониус арқылы өлшеп алу керек- φ_2 .
7. Тәжірибені үштен кем емес рет қайталау керек.

Кесте 6- Қант ерітіндінің меншікті бұрылуын анықтау

№тәжірибе	d_1 , м	C_1 кг/м ³	φ_1 град	φ_2 град	φ_3 град	град	$[\alpha]$ (град м ² / (кг)
1							
2							
3							
4							
5							
6							

7							
8							
9							
10							
11							
12							

Градуирлеу графигін сызып белгісіз қант ерітіндісінің концентрациясын анықтау

1. Алдында даярланған ерітінділер қолданылады.
2. Анализаторды ерітіндісі жоқ түтіксіз өрістің біркелкі минимал жабықтандыру қалпына келтіру керек, және есепті анализатор қалпына сәйкес өлшеу керек- φ_3
3. Поляриметрге ұзындығы белгілі d_2 концентрациясы белгілі қант ерітіндісін қою керек.
4. Өрістің біркелкі минимал жарықтандыруын алып және анализатор қалпының тағы да алу керек φ_4 .
5. Тәжірибені үш рет қайталау керек.
6. Өлшеу нәтижелерін 2 кестеге енгізу керек.
7. Өлшеулерді барлық даярланған үлгілер көмегі мен қайталау керек. Өлшеу нәтижелерін алып болған соң градуирлеу графигін сызу керек.
8. Таза жаңа ыдыста барлық даярланған ерітінділерді араластырып, пайда болған ерітіндіні түтікке құю керек.
9. Алынған үлгіні өлшеп алып құрастырылған градуирлеу график арқылы ерітіндінің конценртациясын анықтау керек.

Кесте 7- Белгісіз ертіндінің концентрациясын анықтау

№тәжірибе	d_2 , м	φ_3 град	φ_4 град	φ град		C_2 кг/м ³
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						

Өлшеу нәтижелерді өңдеу

1. С1 ерітіндінің концентрациясын $P=0.2$ және оның тығыздығы $\rho=1075 \text{ кг/м}^3$, (28) формуланы пайдаланып салыстырмалы концентрация бойынша есептеу керек.

2. 1 кесте бойынша әр бір тәжірибе үшін концентрациясы белгілі қант ерітінді үшін поляризация жазықтығының бұрылу бұрышын есептеу керек:

$\varphi = \varphi_2 - \varphi_1$. Орташа арифметикалық сан мәнін табу керек

3. (27) сәйкестікті пайдаланып қанттың $[\alpha]$ меншікті бұрылуын есептеу керек.

4. (27) сәйкестіктен d_2 түтіктегі қант ерітіндісінің концентрация шамасын табу керек.

Бақылау сұрақтары

1. Қай жарық табиғи деп аталады?
2. Поляризацияланған деп қай жарық аталады?
3. Жазық поляризацияланған жарықта алу тәсілдері?
4. Екі сәулелеік қосарлану құбылысының мағынасы неде?
5. Николь призмасындағы сәуле жүрістерін сызып беріңіз
6. Малюс заңын тұжырымдандар
7. Қай физикалық принциптері Николь призма жұмысының негізінде жатыр?
8. Френельдің поляризация жазықтығының бұрылуын немен түсіндіруге болады?
9. Жазық молекулалар мен пайда болған, зат ерітінділері поляризация жазықтығын бұра алады ма?

Тақырып 6 Капиллярлы вискозиметр көмегімен сұйықтың тұтқырлығын анықтау

Сабақтың мақсаты:

Ығысту және көлемдік тұтқырлық заттын маңызды техникалық сипаттамалары болып табылады. Көлемдік тұтқырлық дабастық және ультрадыбыстық толқындар жұтылуы өлшеуі мен анықталады. Берілген жұмыста ығыстыру тұтқырлықтың анықтау әдістері қарастырылады және жұмыстың мақсаты –сұйық тұтқырлығын капиллярлы әдіспен анықтауы болып табылады.

Зертханалық жұмыс мазмұны

ВПЖ-2 типті капиллярлы вискозиметрдің жұмысын зерттеу. Ол көмегі мен сұйық тұтқырлықтың кинематикалық тұтқырлығын,вискозиметр тұтқырлығын, өлшеу қателіктерін анықтау болып табылады.

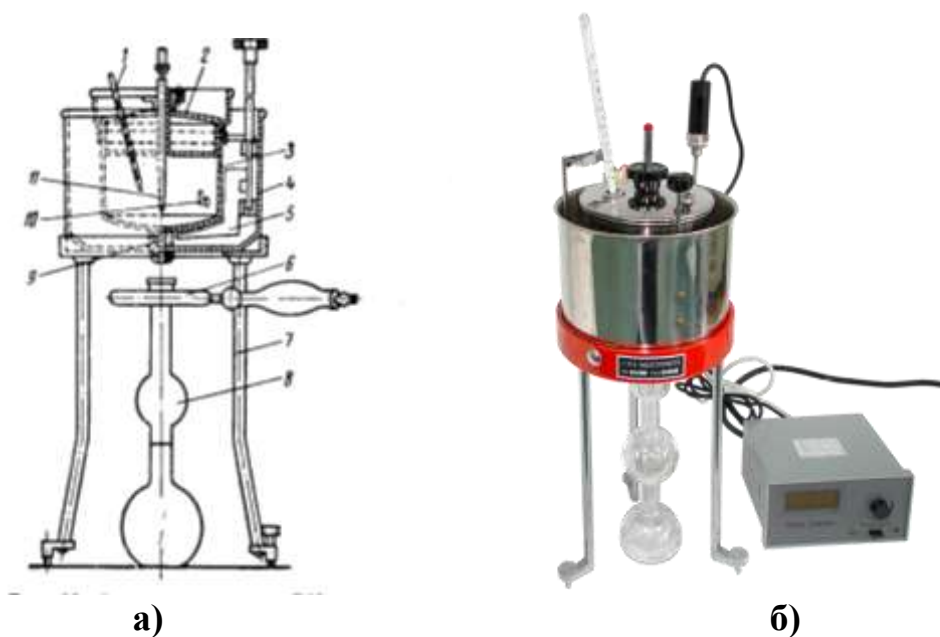
Кіріс бақылау сұрақтары:

1. Вискозиметр дегеніміз не?
2. Берілген жұмыста қай тұтқырлық анықталып отыр?
3. Капиллярлы вискозиметрдің жұмыс принципі және құрылысын атап кетіңіз?
4. Вискозиметрді ұстап тұру ережесі
5. Вискозиметрге сұйықты қалайша толтыру керек?
6. Вискозиметрге зерттелетін сұйықты қай деңгейге дейін құйып алу керек
7. Сұйықтың ағып өту уақыты қалай анықталады?
8. Температура бақылауы не үшін қажет?
9. Сұйық температурасын қалайша орнықты қалпына келтіру керек?
10. Динамикалық және кинематикалық тұтқырлықтардың өзара байланысы?
11. Кинематикалық және динамикалық тұтқырлықтардың ХБЖ сіндегі өлшем бірліктері
12. Тұтқырлықтың жүйеден тыс қай өлшем бірлігі бар?
13. Капиллярлы вискозиметрдің тұтқырлығы қай формуламен өзара байланысқан?
14. Жұмыста вискозиметрдің диаметрі нешеге тең капилляры қолданылады?
15. Қолданылатын вискозиметрдің тұрақтысы неге тең?
16. Вискозиметрдің жұмысқа дайындау әдістемесін жазып беріңіз
17. Берілген жұмыста қай параметр өлшенеді?
18. Неліктен өлшеулерді 3-5 рет қайталау керек?
19. Термометр жұмыста не үшін қолданылады?
20. Неліктен жұмысты орындау алдында вискозиметрді жақсылап

Теориялық кіріспе және бастапқы берілгендер

Тұтқырлығы судан да жоғары майлар мен басқа да сұйықтардың тұтқырлығын анықтау үшін Энглер вискозиметрі кеңінен қолданылады. Ол ыңғайластырып орналастырылған екі латунды резервуардан тұрады 3 және 11.

Ішкі резервуардың 3 сфера тәріздес табаны бар, ортасына латунды цилиндр түтік пісірілген (припаяна) 4, оның тесігіне зерттелген сұйық ағып шығатын калибрленген, конус тәріздес темір түтікше жалғанған — қондырма 9. Қондырманың ұзындығы 20 мм, жоғарғы бөлігінің диаметрі 2,9 мм, төменгі - 2,8 мм. Түтікшенің тесігі орта тұсынан, оны көтеріп тұратын серіппесі бар, ұшы үшкірленген стерженмен жабылған¹. Резервуардың ішкі бетінде 3 зерттелген сұйықты қандай деңгейге дейін құю қажет екенін көрсететін үш ілмек бар¹⁰. Осы ілмектер бойынша көтерме винттердің көмегімен 6 аспапты тік қондыруға да болады. Сыртқы резервуар су ваннасының қызметін атқарады



Сурет 11- Энглер вискозиметрі: а – аспаптың сұлбасы; – б аспаптың жалпы көрінісі.

3 және 11 резервуарлар арасындағы кеңістік сақиналы газды немесе спиртті жандырғыштың 8 көмегімен, сондай-ақ электрқыздырғыштармен қыздырылатын сумен толтырылады. Сыртқы резервуардағы арнайы кронштейнде ваннадағы суды араластыру үшін араластырғыш бекітілген 2, 9 ол зерттелетін сұйықтың берілген температураға дейін бірқалыпты қыздырылуына ықпал етеді. Сынау кезіндегі шығынды азайту үшін ішкі резервуар тесігіне стержень 1 және термометр 13 орнатылған қуыс қақпақпен жабылады 12; ондағы термометр зерттелетін сұйықтың температурасын бақылауға арналған. Түтіктің 9 астына екі сақиналы белгісі 7 бар арнайы шыны колба 5 орнатылады. Төменгі белгі (риска) колбаның 100 см³ сыйымдылығына сәйкес болады, жоғарғысы - 200 см³.

Тұтқырлықты Энглердің вискозиметрімен анықтау берілген температурадағы қондырма арқылы шығып кететін зерттелетін 200 см³ сұйықтың ағып кетуінің t_x уақытын дистилденген судың сондай мөлшердегі t

= 20 °C уақытымен t_B салыстыру. t_B шамасы судың саны 52 с).÷50 ≈деп аталады (t_B)

3 Сұйықтың тұтқырлығын анықтау тәртібі.

Капиллярлы вискозиметр – температура тұрақты болғанда мөлдір сұйықтардың тұтқырлығын үлгінің калибрленген капилляр арқылы ағып шығу уақытын анықтау жолымен өлшеуге арналған аспап. Кинематикалық тұтқырлықты анықтау әдісі мынадай: Шығатын түтікке 5 резіңке түтікті кигізеді. Әрі қарай, сол жақ иінді қысып және вискозиметрді аударып, оң жақ иінді суы бар ыдысқа батырып және резіңке алмұрттың көмегімен М2 белгісіне дейін сорып алады.

Вискозиметрді ыдыстан суырып алып, тез арада қалыпты жағдайына келтіреді. Оң жақ иіндегі сұйықтың артығын құйып алып, иіннің ұшына резіңке түтікті кигізеді. Термостатқа (су моншасы) вискозиметрді резервуар 1 термостаттағы сұйықтың деңгейінен төмен болатындай етіп орнатады.

Термостатта 15 минуттан кем емес ұстағаннан кейін сұйықты оң жақ иінге шамамен резервуар 1 биіктігінің 1/3 бөлігіне дейін сорғызады. Сосын оң иіннен резіңке түтік ағытып алынады да, сұйық ауырлық күшінің әсерінен капилляр түтік 3 арқылы 2 резервуардан ағып шығады. Осыған орай секундомердің көмегімен М1 белгісі мен М2 белгісіне дейінгі сұйықтың жылжу уақытын Т анықтайды.

Сұйықтың кинематикалық коэффициентін ($\text{мм}^2/\text{с}$) мына формула бойынша анықтайды: $\nu = \frac{\tau}{c}$, мұндағы c – вискозиметр тұрақтысы, $\text{мм}^2/\text{с}$ (паспорт бойынша анықталады); τ - вискозиметрдегі сұйықтың ағып шығуының орташа τ арифметикалық уақыты, с.

Энглер вискозиметрі –тәжірибелік температурада зерттеліп отырған өнімнің ағып шығу уақыты мен + 20 0C температурадағы дистилденген су мөлшерінің ағып шығу уақытының қатынасын анықтау арқылы, сұйықтың шартты тұтқырлығын өлшеуге арналған аспап. Сұйық тұтқырлығын Энглер вискозиметрімен анықтау тәртібі мынадай. Вискозиметрдің қақпағын 12 ашып, резервуардың 3 ішкі беті мен түтікше 9 таза әрі құрғатып сүртілгенін тексереміз.

Стерженді 1 түтікшенің 9 тесігіне қондырамыз және резервуарға 3 зерттелетін сұйықтың еркін беті ілмектердің 10 ұшын сәл жауып тұратындай етіп құямыз; бұл кезде сұйықтың көлемі шамамен 240 см³ құрайды. Егер ілмектің ұштары резервуардағы сұйықтың еркін бетімен бірдей жанасып тұрмаса, онда аспаптың осінің тік қалыптан ауытқып кеткені, бұл жағдайды көтергіш винттермен 6 түзету керек.

Сұйығы бар резервуарды 3 қақпақпен жауып, оның тесігіне термометр 13 орнатады. Ыдысқа 11 су құяды, резервуардағы 3 зерттелетін сұйықтың температурасы берілген температураға жеткенге дейін, немесе жанғышпен 8 қыздырылады, немесе құрғақ мұзбен немесе қармен суытылады. Түтікшенің 9 астына бос таза колба 5 қойылады. Вискозиметрдің қақпағын ұстап тұрып, стерженді сәл көтеріп секундомерді қосады.

Қондырғыдан 9 ағып шыққан сұйықтың колбаның ішкі жанындағы қабырғасына 5 түсуін бақылау керек. Бұл колбаның ішінде сұйықтың деңгейін

қадағалауға кедергі болатын көпіршіктерді болдырмайды. Ағып шыққан сұйықтың деңгейі колбадағы жоғарғы , белгіге (рискаға) 7 жеткенде, секундомерді тоқтатады. Секундпен алынған осы уақыт тж 200 см3 зерттелген сұйықтың ағып шығу уақыты болып саналады. Кейбір қателерді болдырмау үшін тж уақытын анықтау жұмысын бірнеше рет қайталайды. Осындай жолмен судың санын да анықтайды tB, яғни температурасы 20 °C болатын 200 см3 дистилденген судың ағып шығу уақытын анықтауға болады.

Қорытынды

Вискозиметрді әртүрлі облыстарда өлшеу үшін қолданады.: мұнай өнімдерінің динамикалық тұтқырлығын (мұнай, бензин, керосин және т.б.); жеке гигиена өнімдерін (сусабындар, лосьондар және т.б.); пісіретін қоймалжындарды(паяльных паст); соустар мен дәмдеуіштерді (подлив); дәрі-дәрмектік заттарды (майларды, қойыртпақтарды); битумдарды; бояуларды, жабындар мен сияларды және басқа да заттар.

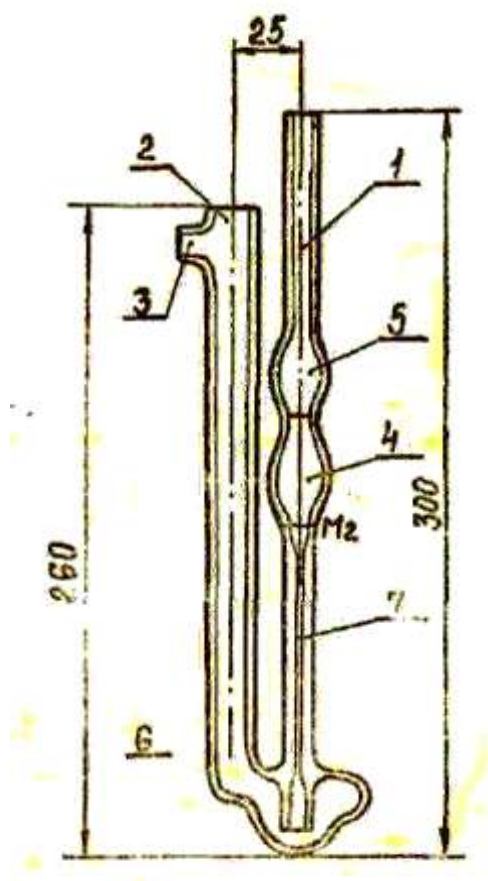
Капиллярлы вискозиметр – температура тұрақты болғанда мөлдір сұйықтардың тұтқырлығын үлгінің калибрленген капилляр арқылы ағып шығу уақытын анықтау жолымен өлшеуге арналған аспап ал, Энглер вискозиметрін тұтқырлығы судан да жоғары майлар мен басқа да сұйықтардың тұтқырлығын анықтау үшін кеңінен қолданылады

Жұмысты орындау тәртібі

Сұйықтың ағып кету уақытын өлшеу үшін және қажетті шамаларын өлшеу үшін келесі әрекеттерді орындау қажет(бсур)

1. Шығыс түтікшесіне резенке шланг кигізіледі (егер шланг кигізбеген қалпында болса)
2. Бармақпен (2) колено деп аталатын қысу керек, және резенке грушаны ұстап тұру керек.
3. Вискозиметрді төңкеріп, (1) коленосын түсіріп сұйық құйылған ыдыс ішіне түсіру керек.
4. Груша көмегімен сұйықты М-2 белгісіне дейін соып алып, ондағы ауа көпіршіктері пайда болмайтындай көріп тұру қажет.
5. Сұйық деңгейі М-2 белгісіне дейін жетсе, вискозиметрді ыдыстан алып тастап тез аударып қалыпты қалпына келтіру керек.
6. Коленоның сыртқы жағынан (1) сұйықтың артық бөлігін алып тастау керек.
7. Вискозиметрді (5)кеңейтілген жағы термостаттағы сұйық деңгейден төмен болатындай бекіту керек.
8. Вискозиметрді штативке бекіту керек.
9. Термостатта вискозиметрді 15 мин кем емес уақыт бойы берілген температурада ұстап тұру керек.
10. Термостат ретінде атмосфераны да қолдануға болады, бірақ онда вискозиметрді сұйықпен толырған соң ол қызбау үшін, ұзақ уақыт бойы ұстамау керек.
11. Термостаттағы су температурасын немесе қоршаған ауа температурасын кестеге еңгізу керек.

12. (2) колено ны бармақпен қысып, тиянақты және баяу , резеңке грушаны қысып отырып сұйықты (5) кеңейтуіне оның биіктігінің 1/3 бөлігіне дейін сорып алу керек.
13. (2) коленоны атмосфера мен тиістіріп , бармақты алып, сұйықтың төменгі мениск бөлігінің m-1 блгісінен M-2 белгісіне дейін түсу уақытын өлшеу керек.
14. Сұйықтың кинематикалық тұтқырлығын мына формуламен табу керек:
Мұндағы k –вискозиметр тұрақтысы $\text{мм}^2/\text{с}^2$
 t –сұйықтың ағып кету уақыты, с
 g –еркін түсу үдеуі $\text{м}/\text{с}^2$
15. Вискозиметр тұрақтысы прибордың паспортында келтірілген, бұл кезде вискозиметрдің зауыт нөмірін және капилляр диаметрін салыстыру қажет.
16. Нәтижелерді кестеге еңгізу керек, өлшем бірліктерін ХБЖ сіне аудару керек.
17. Барлық өлшеулерді 5 рет қайталау керек.
18. Сұйықтың кинематикалық тұтқырлықтың орташа мәнін есептеу керек
19. Сұйықтың тығыздығын біле отырып динамикалық тұтқырлық коэффициентін ХБЖіне айналдырып есептеу керек.
20. Алынған шамаларды кестеге еңгізу керек.
21. Динамикалық тұтқырлықтың оташа мәнін есептеу керек
22. Алынған шамаларды кестедегі сан мәндері мен салыстыру керек
23. Абсолютті және салыстырмалы қателіктерін табу керек.
24. Нәтижелерін кестеге еңгізу керек.
25. Өлшеулерді алып болған соң сұйықты ауыстырушы (съёмный) вискозиметрден қайта сұйық бар ыдысқа құйып тастау керек.
26. Вискозиметрді дистирленген су мен жуып, қайта штативке бекіту керек.
- Вискозиметрдің негізгі құрамына кіретін элементтері 12 суретте келтірілген.



Сурет 12-ВПЖ-2 шыны капиллярлы вискозиметр

1-сұйықты сорып алатын түтік, 2-атмосферамен қатынасатын түтік, 3- шығыс түтік, 4-төменгі резервуард, 5-жоғарғы резервуар, 6-сұйықты жинау резервуары, 7- капилляр

Кесте 8 –Тұтқырлықты анықтау

Сұйық түрі	Сұйықтығыздығы	Ағып кету уақыты	Кинем. тұтқырлық	Кинем. Тұтқырлық . Орташа мәні	Динамик. тұтқырлық	Динамик. Тұтқырлық р.орташа мәні	Абсолют. қателер		Салыстырмалы қателер	
							К _т	Д _т	К _т	Д _т

Жұмысты орындау бойынша ұсыныстар

Өлшеулерді орындаудың алдында вискозиметрді жауып тастау керек. Ол үшін вискозиметрді алдын ала бірнеше рет бензин мен жуып тастап, петройлер эфир мен жуып тастау керек. Ерітіндіден соң сумен жуып тастап, 5-6 сағаттан соң хромды қоспамен жуып тастау керек. Содан соң вискозиметрді дистирленген сумен жуып тастап құрғату керек.

Осыдан кейін вискозиметрді спирт-рефтификатпен жуып тастау керек.

Берілген зертханалық жұмыс үшін кең капиллярлы вискозиметрді глицериннің тұтқырлығын анықтау үшін, жуып тастайды. Оны тек қана спирт көмегі мен жуып тастап және кептіріп, бірнеше рет груша көмегі мен ауасын сорып алып тастау керек.

Бақылау сұрақтары:

1. Қай заттын тасымалдау құбылыстарын білесіңдер.
2. Сұйық дегеніміз не?
3. Қай сұйық идеал, қай ньютондық деп аталады?
4. Сұйықтың сығылмайтыны дегеніміз не?
5. Ішкі үйкеліс дегеніміз не?
6. Гидродинамика не зерттейді.
7. Тұтқырлықтың қай түрлері бар
8. Тұтқыр үйкеліс қай заңдарға бағынады?
9. Ішкі үйкеліс нені көрсетеді?
10. Пуазейль формуланы көрсетіңіз?
11. Пуазейль формуланы қорыту кезінде қай рұқсатулар ұсынылған.
12. Сұйық шығымы дегеніміз не? Оны қалай есептеуге болды?
13. Қай ағыс ламинарлы деп аталады?
14. Турбулентті ағыс дегеніміз не?
15. Қай ағыс түріне Пуазейль формуласы қолданбалы?
16. Бернулли теңдеуін идеал сығылмайтын сұйық үшін жазып беріңіз
17. Бернулли теңдеуі горизонталь құбыр үшін қай түрін алады?
18. Тесігі бар кең ыдыстағы сұйықтың ағып кету жылдамдығын қалайша табуға болады?
19. Рейнольдс саны дегеніміз не?
20. Рейнольдстың қай сан мәнінде ағыс ламинарлы, қай мәнінде –турбулентті

Тақырып 7 Қатты сусымалы денелердің ылғалдығын термогравиметриялық әдіспен анықтау

Сабақтың мақсаты:

Әр түрлі өнімдерде, азық-түліктерде, топырақта, өсімдіктерде ылғалдықтың мөлшерін анықтауды үйрену. Приборлардың жұмыс жасау дағдыларын игеру.

Кіріс бақылау сұрақтары

1. Талдаудың термиялық әдіс түрлерін атап кетіңіз?
2. Берілген жұмыста қатты сусымалы денелердің ылғалдығын анықтау үшін прибор өзімен не ұсынады?
3. Сынақ (проба) қалай жасалады?
4. Сынақтар ротациясын(айналу) қалай жасауға болады?
5. Сынақтар (пробалар) салмақтауын қалай жасауға болады?
6. Қыздыру режимін қалай қосуға болады?
7. Температура бақылауы қалай жасалады?
8. Неліктен өлшеу алдында қондырғыны жұмыстық температурасына дейін қыздыру керек?
9. Құрғату температураны қалайша анықтауға болады?
10. Неліктен сынақ (проба) массасы 10 г –ға тең болу керек?
11. Прибодың қай шкаласы мен сынақ (проба) массасын анықтайды?
12. Құрғату кезінде жоғалту массасын қалай анықтайды?
13. Неліктен таразы табақтарын массаларын өлшеу керек?
14. Неліктен біз тәжірибемізде ылғалдылық шкаласын қолдануға болмайды?
15. Үлгі ылғалдығын қалай анықтауға болады?
16. Қыздыру кезінде сынақ массаларын өлшеп алуға болады ма?
17. Жұмысчта тәжірибенің нешесін жасау керек?
18. Қай тәуелділіктерін құрастыру қажет?

Құрал-жабдықтар:

Қатты сусын денелердің ылғалдығын анықтау құрылғысы, денелер, таразы табандары, зат сынақтары, торсионды таразы.

Теориялық кіріспе және бастапқы берілгендері

Физико-химиялық әдістер зерттелетін үлгі мен арнайы дайындалған реактивтің арасында жүретін реакцияларға негізделген. Жұмсалған реактивтің немесе реакция өнімдерінің мөлшеріне байланысты зерттелетін заттың құрамын есептейді. Химиялық әдістің гравиметриялық және титриметриялық анализ түрлері белгілі.

Гравиметриялық анализ анықталатын ионды не элементі химиялық реакция көмегімен ерімейтін тұнбаға түсіріп, оның нақты массасын дәл өлшеуге негізделген. Сонымен қоса, гравиметрияда анықталатын компоненті газ түрінде де шығарып анықтау мүмкін, бұл әдісті *айдау* деп атайды. Бұл жағдайда айдалған заттың массасын немесе қалдықтың массасын анықтайды. Сонымен гравиметриялық анализдің әдістерін үш топқа бөледі:

1. *Айдау әдісі* анықталатын құрамдас бөлікті ұшқыс қосылыс түрінде толық бөліп алып, қалдықтың не тұтылған ұшқыш өнімінің дәл массасын өлшеуге негізделген. Айдау әдісінің бірнеше түрлері қолдану мүмкін:

- анықталатын затты қоспадан айдап, түзілген заттың массасын өлшейді;
- анықталатын затты айдап, оны белгілі бір сіңіргішке (сорбент, ерітінді және т.б.) сіңіреді де өлшейді, сіңіргіштің бастапқы массасымен салыстырғандағы массасының қосылуы бойынша айдалған заттын массасы анықталады;
- анықталатын затты дәл өлшендіден айдап, айдау аяқталған соң оны қайтадан өлшейді де массаларының айырмасы бойынша айдалған заттың мөлшерін анықтайды.

2. *Тұндыру әдісі* анықталатын құрамдас бөлікті аз еритін белгілі химиялық құрамына сәйкес болатын қосылыс түрінде тұндырып, оны өндеп болған соң, оның мөлшерін анықтауға негізделген.

3. *Бөлу әдісі* зерттелетін заттан анықталатын құрамдас бөлікті бос күйінде бөліп алып, оның немесе қалдықтың массасын дәл өлшеуге негізделген.

Гравиметриялық анализде тұнбаны екі түрге бөледі:

1. *тұнбаның тұндыру формасы* – ерітіндіні лайықты реагентпен әрекеттестіргендегі ерітіндіде түсетін тұнба;
2. *тұнбаның гравиметриялық формасы* – ерітіндіден арнайы операциялармен бөлінген, сүзілген, массасы тұрақтанғанша қатты қыздырылған, өлшену түрінде алынған тұнба.

Сонымен бірге тұнбаның екі агрегаттық түрі белгілі – аморфты және кристалды тұнбалар. Гравиметриялық анализдің барысында орындалатын операциялар тұндыру әдістің әдістемесін өткізіледі. Тұндыру әдісін келесі ретпен орындайды:

1. орташа татпаны іріктеу (алғашқы, лабораториялық және анализдік татпалар);
2. орташа татпадан өлшендіні өлшеу;
3. өлшендіні сәйкес еріткіште еріту;
4. арнайы реактивпен анықталатын компонентті тұнбаға толық тұндыру (тұндырушы реагенттің мөлшері есептелген мөлшерінен 1,5 есе артық алыну керек);
5. тұнбаны сүзіп алу (майда тұнбаны алдын ала центрифугалау), тұнбаны түріне қарай сүзуде үш түрлі фильтр қағаздары қолдану мүмкін: қара (қызыл) жолағы бар фильтрмен аморфты тұнбаларды сүзеді (тығыз күлсіз сүзгілер), ақ жолағы бар фильтрмен кристалды тұнбаны (орташа тығыздықты сүзгілер), ал көк жолағы бар фильтрмен ұсақ кристалды тұнбаларды сүзеді (тығыз «баритті» деп аталатын сүзгі);
6. тұнбаны шаю, жуу;
7. тұнбаны кептіру және қатты қыздыру;
8. гравиметриялық түрдегі тұнбаны өлшеу;
9. анализ нәтижелерін есептеп шығару.

Орташа татпа дегеніміз химиялық құрылысы, физикалық және химиялық қасиеттері барлық алынатын топтамаларға сай келетін

салыстырмалы түрде алынған материалдың немесе шикі заттың шағын мөлшері. Орташа татпаны алғашқы татпадан кварталау әдісі бойынша іріктеп алады.

Өлшенді дегеніміз нақты анализ жасауға қажетті зерттелетін заттың анализдік орташа татпасының шағын массасы (аморфты тұнбалар үшін $m_{0,1g}$ дейін, ал ұсақ және ірі кристалды тұнбалар үшін $m_{0,3-0,5g}$ дейін зат өлшенеді).

Гравиметриялық анализде кез келген тұнбаны қолдануға болмайды. Тұнбаның кейбір қасиеттеріне келесі талаптар қойылады:

1. тұнбаның ерігіштігіне – тұнба толық тұну үшін оның ерігіштік көбейтіндісінің (ЕК) мәні өте төмен болу қажет;
2. тұнбаның құрамына – тұнбаның құрамы тұрақты болып, яғни өзгермеу қажет;
3. тұнбаның құрылысына – тұнба оңай сүзіліп, қоспалардан жеңіл жуатындай болу қажет;
4. тұнбаның тұндыру формасы гравиметриялық формасына толық ауысу қажет.

Сонымен қоса гравиметриялық формадағы тұнбаға қосымша талаптар қойылады:

1. өлшенетін тұнбаның құрамы белгілі химиялық формулаға сәйкестігі;
2. гравиметриялық формадағы тұнба ауада химиялық тұрақты және температураға төзімді болу қажет;
3. өлшенетін тұнбаның құрамында анықталатын ионның немесе элементтің мөлшері аз, ал салыстырмалы молекулалық массасы үлкен болғаны жөн.

Тақырып бойынша бақылау сұрақтары

1. Гравиметриялық анализдің негізгі мақсаты?
2. Гравиметриялық анализдің негізгі әдістері қандай, олардың екершеліктері неде?
3. Тұнбаның қандай түрлері белгілі? Аморфты, ірі және майда кристалды тұнбаны алу ережелері қандай?
4. Ерігіштік көбейтіндісі дегеніміз не, оның физикалық мағынасы неде? Тұнбаның түзілу және еру шартты.
5. Гравиметриялық анализ әдістерін медицинада, ветеринарияда қолдану аймақтары.

Жұмысты орындау тәртібі

1. Қатты сусын денелердің ылғалдығын анықтау құрылғының жұмыс жасау принципі мен танысыңыз.
2. Сеть ке приборды қосып, «1» кнопканы басып, термостат қыздыруы басталсын деп қосу керек.
3. Алдын ала бірнеше зерттелетін заттарды даярлау керек: нан, піспенан, гүл өсірген ыдыстан топырақ, сулатылған күріш немесе басқа күріш.
4. Әр бір затты үш бөлігіне бөліп лау керек(тәжірибе саны)
5. Торсионды таразы табақтарын өлшеп (саламағын), массаларын жазу керек. табаққа басқа затты орналастыру керек.

6. Зерттелетін затты орнатып және алып тастап, табак пен зерттелетін зат массасы 10г болатындай етін алу керек.
- Өлшеулерді жасау үшін сынақтарды даялау керек.
7. «Ротация» кнопкасын басып, индикаторда «1» сынақ нөмірін қою керек. Ротацияны жасау үшін бүйірлі қолсабын приборда сағат тіл жүрісімен максимумға дейін келтіріп бұру керек.
8. Термостаттағы температураны тексеріп, қажетті деңгейге дейін жетсе, онда сынақтарды карусельге жүктеу керек.
9. «Взвешивание» батырмасын басып, сынақ әйнегіне №1 сынақты орналастыру керек.
10. Тағы да бүйірлі батырмасын басып нөмірлер индикаторында келесі санды басу керек.
11. Келесі сынақты жүктеу керек.
12. 7-11 пункттерді барлық сынақтар үшін (5 тен кем емес) жасау керек.
13. Әр бір сынақты жүктеу кезінде таразы шкаласының тілшесі 10г қалпының маңында болатындай бақылау керек.
14. «Взвешивание» режимді өшіріп тастау керек.
15. Ауа ағын жылдамдығын реттеу қолсабын 5 тен артық емес қалпына келтіру керек.
16. Термостатты «» батырмасын басып қосу керек.
17. «Термостат» батырмасын басып тұрып «Ротация» батырмасын бірізгіде қосу керек.
18. Әр бір минут өткен соң термостаттағы сынақтың массасын өлшеу керек. Ол үшін, «Нагрев» батырмасын өшірмей отырып, «Ротация» батырмасын өшіріп тастап, «Взвешивание» батырмасын басу керек. Барлық сынақтарын өлшеп болған соң, «Взвешивание» батырмасын босатып тағы да «Ротация» батырмасын басу керек.
19. Сынақ массалар мәнін және сәйкес келіп тұрған ылғалдылық мәндерін кестеге жазу керек.
20. 17п. Сынақ салмақтар өлшеуін, барлық сынақтарында масса өзгерте алмайтын мезетіне дейін жүргізу керек.
21. Аяқтап болған соң сынақтарды шығару керек.
22. 4-20п. тағы екі рет қалған сынақтары үшін жасау керек.
23. Берілгендерін кестеге еңгізу керек
24. Әр бір сынақ үшін үш тәжірибе нәтижелердің мәндерінің орташа мәнін анықтау керек.
25. Заттың массасының (ылғалдылық %) уақытқа тәуелділік графиктерін құрастыру керек.

Бақылау сұрақтары мен тапсырмалар.

1. Талдаудың қай әдістері термиялық деп аталады?
2. Абсолютті және салыстырмалы ылғалдылық дегеніміз не?
3. Ылғалдылық қай өлшем бірлігімен өлшенеді?
4. Неліктен құрғату температурасын дәл осындай болып алынды?
5. Ылғалдықтан толығымен айырылуға болады ма? Қай жағдайларда?

6. Ылғалдықтың құрғату уақытына тәуелділік графигінің шыққан түрін түсіндіріп беріңіз?
7. Неліктен өнімдер ылғалдығына әр түрлі талаптар қойылады?
8. Сублимирленген өнімдер дегеніміз не?

Тақырып 8 Жұқақабатты хроматографияны оқу

Сабақтың оқулық мақсты:

Жұқа қабатты хроматографияфармацевтикалық өнеркәсіпте(өндіру және сақтандыру кезінде дәрі пепараттардын сапасын таладу), зиян заттардын бар болуын талдау кезінде азық-түлік өнеркәсіптікте (пестицидтерді және т.б.), сонымен бірге пайдалы қосылғыштарды, олар азық-түліктін толыбағалануыда кен қолданыс тапқан. Криминалистикада және медициналық экспертизада (қан дақтылардын идентификациясы, адамдардын қан мен сідіктегі есірткінін бар болуын және т.б.)анықтайды. ылыми және зауытты зертханаларында әр түрлі аналитикалық мәселелерді шешу үшін қолданылады. Сабақтың мақсаты ретінде ьәр түрлі заттарды хроматография әдісімен талдауыда жасауы болйып табылады.

Зертханалық жұмыстың мақсаты: Қажетті хроматографиялық жабыдқатры мен жұқақабатты хроматография ның негізгі жұмыс жасау принциптерін оқу қажет. Алынған дағдылар негізінде берілген заттардын талдауын жасап талданылатын заттардын хроматограммаларын алу керек.

Сабаққа дайындалу:

Зертханалық жұмысты орындауға арнайы бақылаулардын, жұмыстың нәтижелері мен бастамқы мәліметтерді еңгізетін бланк дайындалады және келтірілген сұрақтарға жауап берген соң жұмысты орындауға рұқсат беріледі:

1. Хроматографиялауды жасау үшін қажетті өлшемдері мен пластиналарды қыйип дайындау керек.
2. Старт сызығы дегеніміз не?
3. Пластинада старт сызығын қалайша сызу керек?
4. Фронт сызығы дегеніміз не?
5. Пластинаның үстінде қай жерінде фронт сызығын орналастыру керек?
6. Старт сызығына кадлайша фонт сызығын орналастыру керек?
7. Орнатылатын дақтың диаметрі қандай болу керек?
8. Хроматографиялауға үшін камераға элюентін неше мөлшерін құю керек?
9. Камерадан пластинаны қай мезетте шығару қажет?
- 10.Пластинаны неше уақыт құрғату керек?
11. ЖҚХ қай негізгі параметрлері мен сипатталады? Ол қалайша анықталады?

Құрал-жабдықтар:

Өлшемдері 10*10 см Sorbfil хроматографиялық палстиналар, өлшемдері силицел хроматографиялық пластиналар, сынақтарды орналастыру үшін шыны капиллярлар, хроматоргафия үшін камера, ұстатқыш-клипсалар, хроматограмма көрінісі үшін камера(Петри тостағаны), медициналық пипетка немесе шприц.

Теориялық кіріспе және берілгендер:

Жұқақабатты хроматография (ЖҚХ, ЖҚС)

Хроматография әдісінде экстракциядағы сияқты заттың екі фазаның арасында таралуын пайдаланады. Тек хроматографияда бір фаза қозғалмайды,

екінші фаза қозғалады, сондықтан анықтайтын заттың таралуы мен бір фазаның екінші фазамен салыстырғандағы жылжуы қатар жүреді.

Егер заттың екі фазаның арасында таралуы оның қатты фазамен адсорбциялану құбылысына негізделсе әдісті адсорбциялық хроматография деп атайды. Ал заттың қатты фаза мен жылжымалы сұйықтың арасында химиялық ионалмасу реакциясының нәтижесінде таралуын ионалмасу хроматографиясы дейді. Егер фазалар арасында таралуға адсорбция да, химиялық әрекеттесу де себеп болмаса заттың бөліп таратқыш хроматографиясы жүреді.

Қозғалмайтын (стационарлы) фаза қатты зат, қатты затқа қондырылған сұйықтық не гель болуы мүмкін, қозғалатын фаза – газ не сұйықтық. Қозғалатын фазаның агрегаттық түріне байланысты хроматография сұйықты және газды хроматография болып бөлінеді. Хроматографиялық әдістерді элюентті анализ, фронтальды анализ және ығыстырып шығару анализі деп бөлуге болады. Соның ішінде жиі пайдаланылатыны элюентті анализ. Әдетте элюентті анализді хроматографиялық колонкада жүргізеді. Жылжымалы фаза сұйық болғанда хроматографиялық колонка ретінде қатты заттың қиыршықтарымен толтырылған (диаметрі 0,5-1,5 см) шыны түтікшелері пайдаланылады.

Еріген заттың компоненттері екі фазаның арасында таралуы үшін үлгінің ерітіндісін колонканың жоғарғы жағына орналастырады. Содан кейін колонкадан ештеп, қатты затпен жұтылған компоненттер әртүрлі дәрежеде еритін, қолайлы еріткіш (элюент) өткізеді. Еріткішті қосқан сайын еріген заттың молекулалары колонка бойымен төмен қарай жылжиды. Ерітіндінің жылжуымен қатар заттың стационарлы фазадан жылжымалы фазаға және кері ауысуы үздіксіз жүріп тұрады. Заттың колонка бойымен жылжу жылдамдығы осы заттың қозғалмалы не стационарлы фазаға ауысу қабілеттігімен анықталады.

Егер А мен В заттарының адсорбциялық және элюентте еру қасиеттерінде айырмашылық болса, олар колонка бойымен әртүрлі жылдамдықпен қозғалып колонканың әр деңгейінде орналасады. Элюенттің жеткілікті мөлшерін құйса А мен В заттарын бірінен соң бірін колонкадан ерітіндіге ауыстыруға болады. Бұл процесті элюирлеу процесі дейді. Егер колонканың ұшына еріген заттың концентрациясының өзгеруіне сезімтал детектор (қабылдағыш) орнатса және оның сигналы мен уақыттың арасындағы байланысты график түрінде өрнектесе, Суретте келтірілгендей бірнеше симметриялық шыңдар алынады.

Мұндай графиктерді хроматограммалар дейді. Хроматограммаларды сапалық және сандық анализде қолданады. Шыңның орналасуы компоненттің сапалық сипаттамасын, ал оның ені сандық сипаттамасын береді.

Хроматографиялық әдістердің негізгі параметрлері: ұсталу сипаттамасы, бөлу дәрежесі және тиімділігі. Ұсталу көлемі мен ұсталу уақыты – берілген затты колонкадан толық шығаруға сәйкес элюенттің көлемі (V_R) мен уақыты (t). Бұл мәндер сорбенттердің қасиетіне, қозғалмалы фазаның жылжу жылдамдығына және оның көлеміне, сонымен қатар заттың таралу коэффициентіне де байланысты.

Егер ұзындығы L -ға сәйкес колонкадағы заттың ұсталу уақыты t болса, онда ығысу жылдамдығы L мен t -ның қатынасына тең болады L/t . Осы сияқты стационарлы фазада ұсталмаған заттың колонкадан өту уақыты $t_{ж}$ -ға сәйкес болса, бұл заттың қозғалу жылдамдығы $L/t_{ж}$ қатынасымен белгіленеді. Екі жылдамдықтың қатынасы ұсталу индексінің мәнін (R) береді.

Сонымен, ұсталу индексі еріген заттың молекулаларының қозғалу жылдамдығы мен еріткіштің қозғалу жылдамдығының қатынасын көрсетеді

Хроматография заттар қоспасын бөлу және анализдеу әдісі, ол заттардың екі фаза – қозғалмайтын немесе стационар фаза (СФ) және қозғалмалы фаза (ҚФ) арасында әр түрлі таралуына негізделген.

Заттың фазалар арасына таралуы оның ерігіштігіне және адсорбциялық қабілетіне тәуелді.

Хроматографиялық процесс кезінде стационар фаза бойымен қозғалмалы фазамен бірге жылжитын зат сорбциясы мен десорбциясы кезектеліп, көп рет қайталанатын.

Стационар фаза келесі төрт қасиеттердің біреуіне ие болуы керек:
Қозғалмалы фазадағы бөлінетін заттарды физикалық сорбциялауы керек;
Қозғалмалы фазадағы бөлінетін заттарды химиялық сорбциялауы керек;
Қозғалмалы фазадағы бөлінетін заттарды ерітуі керек;
Құрылысы кеуекті болып, бөлінетін заттардың кейбіреуін өткізіп, келесі заттарды ұстап қалуы керек.

Хроматографияның теориялық негіздерін бірнеше теория түсіндіреді:

Теориялық табақшалар концепциясын (ТТК) 1942 жылы Мартин және Синдж ұсынған. Олар хроматографиялық колонканы шартты түрде көптеген дискретті яғни бір-бірімен жанаспайтын табақшаға (зонаға) бөлген.

Әрбір табақшада заттардың жаңа таралу тепе-теңдігі орнайды. ҚФ жылжығанда затты бір зонадан екінші зонаға ауыстырады, сонда зонада жаңа таралу тепе-теңдігі орнайды. Нәтижесінде зат бірнеше зонаға жайылады, жайылу неғұрлым күшті болса, хроматографиялық бөліну соғұрлым нашар болады. Заттың орналасқан табақшалар саны (N) маңызды шама болады:

$$N=L/H, H=(L/16) (W/\tau_R)^2,$$

мұндағы L – колонка ұзындығы, H – теориялық табақшаға эквивалентті биіктік (зона немесе табақша биіктігі), W – хроматографиялық шың ені.

H неғұрлым кіші болса, шыңының ені соғұрлым кіші болады, бөліну тиімділігі соғұрлым жоғары болады.

Теориялық табақшалар концепциясының кемшілігі - ол формальды теория, себебі бірнеше шартты болжамдарға негізделген:

- Колонка бірнеше жанаспайтын зоналардан тұрады
- Тепе-теңдік бір сәтте орнайды
- Бөліну үздіксіз жүреді.

Адсорбцияланған зат мөлшері (a) мен оның газ фазасындағы концентрациясы мен немесе қысымы арасындағы тұрақты температурадағы тәуелділікті көрсететін үш түрлі изотерма болады:

Генри изотермасы төмен қысымдар үшін орындалады. Беті бір текті адсорбенттер үшін адсорбцияланған зат мөлшері газ фаасындағы зат концентрациясына немесе қысымына тура пропорционал: $a = k \cdot C$, мұндағы, a - адсорбцияланған зат мөлшері; k - Генри константасы.

Лэнгмюр изотермасы. Егер қысым жоғары болса, онда моноқабат сиымдылығы толады. Адсорбентте бос орын қалмайды, олай болса, Лэнгмюр изотермасы орындалады. $a = a_m k^I p / 1 + k^I p$ мұндағы, a_m - моноқабат сиымдылығы.

Фрейндлих изотермасы. Орташа қысым үшін орындалады.
 $a = k^{II} p^{1/n}$

Сонымен, a қысымның бөлшек дәрежесіне пропорционал болады.

Аналитикалық химияда сызықтық изотерма аймағында жұмыс істеген дұрыс. Сондықтан, *сызықтық тепе-теңдіктік хроматография теориясының* негіздері пайдаланады.

Бұл теория келесі шарттарға негізделген:

1. Фазалар арасындағы тепе-теңдік бір сәтте орнайды, яғни масса тасымалдау жылдамдығы шексіз жоғары;
2. Диффузиялық жайылуды ескермейді.

Хроматографияның кинетикалық теориясы тепе-теңдіктің орнау жылдамдығына негізделген. Бұл теория бойынша хроматографиялық жүйедегі зоналардың жайылуы үш себептен болады:

Сорбент бойымен әр түрлі концентрация әр түрлі жылдамдықпен жылжиды бұны *термодинамикалық жайылу* деп атайды. Оның себебі адсорбент бетінің әртектілігінде немесе сорбат-сорбент әрекеттесуімен қатар сорбат-сорбат әрекеттесуінің болуында.

Бұл заттар диффузиясы – *диффузиялық жайылу*. Оның себебі колонканың әр бөлігінде сорбенттің нығыздалу дәрежесі әр түрлі болуында.

Сорбция және десорбция процестерінің төмен жылдамдығына байланысты болатын *кинетикалық жайылу*. Физикалық адсорбция сатысы жылдам жүреді, ал заттың газ фазадан адсорбент бетіне ауысуы (сыртқы масса тасымалдау) және заттың адсорбент бетінен кеуектер көлеміне өтуі (ішкі масса тасымалдау) сатылары баяу жүреді. Сондықтан кинетикалық жайылу болады.

Аналитикалық химияда термодинамикалық жайылуды болдырмауға тырысады. Ол үшін беті біртекті өнеркәсіпте өндірілетін арнайы адсорбенттер пайдаланады, бөлінетін компоненттер концентрациясын азайтады, яғни сызықтық изотерма түзілуін қамтамасыз етеді.

Хроматография әдістері

Хроматографиялық әдістерді әр түрлі жіктейді:

Заттардың сорбентпен әрекеттесу сипаты бойынша *молекулалық және хемосорбциялық хроматографиялық әдістер* болады. Молекулалық әдістер әлсіз физикалық әрекеттесулерге – адсорбция мен абсорбцияға негізделеді. Хемосорбциялық әдістер күшті химиялық әрекеттесулерге негізделеді.

Стационар фазаның табиғаты бойынша *адсорбциялық және таралмалы хроматография* болады. Адсорбциялық хроматографияда СФ - қатты сорбент, ал таралмалы хроматографияда СФ – сұйық еріткіш.

Қозғалмалы фазаның агрегаттық күйіне байланысты *газдық және сұйықтық хроматография* болады. Стационар фазаның агрегаттық күйін ескерсе, олар *газдық-адсорбциялық, газдық-сұйықтық, сұйықтық-адсорбциялық, сұйықтық-сұйықтық (таралмалы)* хроматография болып бөлінеді.

Стационар фазаны орналастыру жолы бойынша *колонкалық және жазықтық хроматография* болады.

Сынаманы хроматографиялық колонкаға енгізу режимі бойынша *фронтальды, элюентті және ығыстырмалы хроматография* болады. Фронтальды хроматографияда қоспа ерітіндісін колонкаға үздіксіз енгізеді. Сонда таза күйінде тек 1 компонент бөлінеді.

Элюентті хроматографияда қоспаны қозғалмалы фаза (*элюент*) ағынына енгізеді. Колонка бойымен жылжығанда компоненттер бөлініп, зоналар түзеді, олар таза еріткіш зонасымен бөлінеді. Компоненттер зоналары сорбциялану қабілетінің арту ретімен кезектеп колонкадан шығады. Колонкадан шығатын ерітіндіні *элюат* деп атайды.

Ығыстырмалы хроматографияда колонкаға қоспа ерітіндісімен қатар ығыстырғыш зат енгізеді, оның сорбциялану қабілеті ең жоғары болуы тиіс. Сонда ығыстырғыш зат компоненттерді ығыстырып, олар сорбциялану қабілетінің арту ретімен колонкадан шығады.

Ең жиі пайдаланатын элюентті хроматография. Бұл әдістің хроматограммасында әр компонентке өзінің *хроматографиялық шыңы* (максимум) сәйкес келеді (сурет 8.13).

Колонкадан шыққан элюат арнайы детекторлар көмегімен үнемі анализденеді де хроматограмма сызылып шығады.

Абсцисса осіне бөгелу уақыты τ_R немесе бөгелу көлемі V_R салынады. Бұл екеуі өзара байланысты: $V_R = \tau_R \cdot \omega$,

мұндағы ω - элюенттің көлемдік жылдамдығы.

Шыңның ауданы S және биіктігі h (нольдік сызықтан максимумға дейінгі арақашықтық) компонент концентрациясына тура пропорционал. Шыңның ені W – жартылай биіктікке сәйкес қисық (шың) контурларының арақашықтығы.

Бөлу тиімді болуы үшін шыңдардың ені неғұрлым аз болғаны, ал шыңдар арақашықтығы неғұрлым үлкен болғаны дұрыс.

Ион алмасу хроматографиясы

Ион алмасу кезінде ерітіндідегі иондар адсорбент немесе ионит құрамындағы қозғалғыш иондарға алмасады. Ион алмасу эквивалентті мөлшерде жүреді. Әдісте стационар фаза *ионит*, ионит құрамында жылжымалы ион бар, ол ерітіндідегі ионмен алмасады.

Иониттер иондар табиғаты бойынша екі түрге бөледі:

1. Егер алмасатын ион катион болса, *катионит* деп аталады;
2. Егер алмасатын ион анион болса, *анионит* деп аталады.

Сонымен бірге иониттер табиғи және жасанды болады. Табиғи катионит – цеолит, табиғи анионит - фторапатит.

Табиғи иониттердің келесі кемшіліктері болады:

- Құрамы әр текті;
- Кеуектері ірі болады;
- Тек нейтрал ортада тұрақты болады.

Жасанды иониттер органикалық шайырға (матрицаға) негізделген, сол матрицамен байланысқан функционалдық топ болуы керек. Катиониттерде қышқылдық функционалды топ, ал аниониттерде негіздік функционалды топ болады.

Иониттің алмасу сиымдылығы деп 1 г құрғақ иониттің сіңіре алатын иондарының ммол-экв санын атайды.

Анықтау жолы бойынша 3 түрлі алмасу сиымдылығы болады:

1. Статикалық алмасу сиымдылығы;
2. Динамикалық алмасу сиымдылығы;
3. Толық динамикалық алмасу сиымдылығы.

Ион алмасу хроматографиясы келесі мақсатта пайдаланылады:

- 1.Тұздарды сандық анализдеу үшін, себебі ион алмасу процессі эквивалентті мөлшерде жүреді
- 2.Суды деминерализациялау үшін. Ол үшін суды бірінші H^+ -формасындағы катионит арқылы, сонан соң OH^- -формадағы анионит арқылы өткізеді
- 3.Иондарды бір-бірінен бөлу үшін сорбциялық қатарлар пайдаланады
4. Бөгет жасаушы иондарды ауыстыру үшін.

Әдістің артықшылықтары:

- 1.Әдіс қарапайым және жылдам. Бірнеше мақсатта пайдалануға болады;
- 2.Иониттерді регенерациялап, көп рет пайдалануға болады.

Кемшіліктері:

- 1.Иониттер суда және ерітіндіде ісінеді. Ісінгенде олардың алмасу сиымдылығы кемиді, сондықтан колонкаға тек ісінген ионит енгізіледі.
- 2.Иониттер үшін тек ион алмасу сорбциясы емес, басқа сорбция түрлері тән.
- 3.Әлсіз электролит қатысында күшті электролиттер сіңірілмейді.

Бірақ бұл кемшілікті практикада күшті және әлсіз электролиттерді бөлу үшін пайдалануға болады.

Жазықтық хроматография

Жазықтық хроматографияның екі әдісі бар: жұқа қабаттық хроматография (ЖҚХ) және қағаздық хроматография (ҚХ).

Жұқа қабаттық хроматография әдісі сұйықтық-адсорбциялық хроматографияның бір түрі. Әдісте сорбенттің (СФ) жұқа қабаты шыныдан, пластмассада немесе металдан жасалған пластина бетіне жағылады.

Пластина шетінен 2-3 см қалдырып, старттық сызық сызады, сол сызыққа сұйық сынаманы енгізіп, пластина шетін еріткішке (ҚФ) батырып қояды.

Сонда капиллярлық күштер әсерінен еріткіш компоненттерді әр түрлі жылдамдықпен тасымалдайды. Әрбір компонент зонасы дақ түрінде пайда болады. Дақтар түрлі-түсті болуы мүмкін, егер дақтар түссіз болса, оларды айқындау қажет болады.

Ол үшін хроматограмманы арнайы реагентпен өңдейді немесе арнайы жарықпен сәулелендіреді. Дақ түсі бойынша сапалық анализ, ал дақ

ауданы бойынша сандық анализ жүргізеді. Дақтың аданын планиметр аспабымен өлшейді.

Сандық анализ жүргізу үшін стандартты ерітінділерді қоса хроматографиялау қажет.

Жұқа қабаттық хроматографияда (ЖҚХ) заттың адсорбциялық қасиетін R_f қозғалғыштық шамасымен бағалайды. Ол мына формуламен есептеледі:

$R_f = x/x_f$, мұндағы x – компонент зонасының ығысуы;

x_f – еріткіш фронтының ығысуы.

Компоненттер қозғалғыштығы неғұрлым алшақ болса, соғұрлым бөліну толық жүреді.

Жұқа қабат бекітілген және бекітілмеген болуы мүмкін. *Бекітілген жұқа қабатты* алу үшін стационар фазаға байланыстырғыш зат (крахмал, желатин, агар-агар) қосып, пластинкаға паста түрінде жағады немесе жоғары температурада күйдіріп жағады. Мұндай қабатты горизонталь да, вертикаль да пайдалануға болады. *Бекітілмеген жұқа қабатты* алу үшін стационар фаза ұнтағын жұкалап пластинкаға жағады, мұндай қабатты тек горизонталь түрде пайдаланады.

Қағаздық хроматография сұйықтық-сұйықтық хроматографияға жатады. Сұйық стационар фазаны арнайы хроматографиялық қағазға сіңіреді. Хроматографиялық қағаздар тығыздығы бойынша әр түрлі болады, олар өнеркәсіпте тығыздығы бойынша №1, №2, №3, №4 болып өндіріледі. Бұл әдісте де заттарды қозғалғыштығы арқылы бөледі, дақ түсі бойынша сапалық анализ, ал дақ ауданы бойынша сандық анализ жүргізеді.

Жазықтық хроматографияда хроматограммалардың бірнеше түрі болады:

Шеңберлі хроматограмма – қоспа сынамасын қағаздың немесе пластинканың дәл ортасына енгізеді, сосын сол нүктеге еріткіш енгізеді, сонда компоненттер әр жылдамдықпен қозғалып, бірнеше концентрлі шеңбер түзеді, әр компоненттің өз шеңбері болады.

Өрлеуші хроматограмма – сынаманы старттық сызыққа енгізіп, қағаз жолағын немесе пластинканы камера түбіндегі еріткішке салады, сонда еріткіш капиллярлық күштер көмегімен жоғары қозғалып, компоненттерді әр түрлі жылдамдықпен тасымалдайды.

Төмен түскіш хроматограмма - сынаманы старттық сызыққа енгізіп, қағаз жолағын немесе пластинканы камераға салып, еріткішті жоғары бөлігінен енгізеді (старттық сызық та жоғары жағында), сонда еріткіш жоғарыдан төмен қозғалады. Бұл жағдайда капиллярлық күштерге салмақтық күш қосылады.

Бақылау сұрақтары:

1. Хроматографиялық анализдің негізі, ерекшелігі.
2. Хроматографиялық анализ әдістерінің жіктелуі:
 - газдық және сұйықтық хроматография,
 - адсорбциялық және таралмалы хроматография,
 - колонкалық және жазықтық хроматография.
3. Фронтальды, элюентті, ығыстырмалы хроматография.

4. Хроматограмманың негізгі сипаттамалары: хроматографиялық шыңның биіктігі мен ені, бөгелу уақыты, бөгелу көлемі.
5. Теориялық табақшалар концепциясы. Теориялық табақшалар саны.
6. Теориялық табақшаға эквивалентті биіктік (ТТЭБ).
7. Адсорбция изотермалары, олардың түрлері: Генри, Лэнгмюр, Фрейндлих изотермалары.
8. Хроматографияның кинетикалық теориясы. Хроматографиялық зоналардың термодинамикалық, кинетикалық және диффузиялық жайылуы.
9. Жазықтық хроматография әдістері: қағаздық және жұқа қабаттық хроматография әдістері.
10. Жазықтық хроматограмма түрлері. Концентрацияны анықтау әдістері.
11. Ион алмасу хроматографиясының негізі.
12. Иониттер, жіктелуі, ион алмасу процестері.
13. Алмасу сиымдылығы дегеніміз не және оның қолданылуы?
14. Келесі түсініктерге анықтама беріңдер:
 -Иониттің статикалық алмасу сиымдылығы (САС).
 -Иониттің динамикалық алмасу сиымдылығы (ДАС).
 -Иониттің толық динамикалық алмасу сиымдылығы (ТДАС).
15. Неліктен ион алмасу хроматографиясын сандық анализде пайдалануға болады?
16. Катиондарды және аниондарды сандық анықтау қалай жүргізіледі?
17. Иониттерді регенерациялау.
18. Ион алмасу хроматографиясының кемшіліктер

Пайдалану физикалық құбылыстар жетекші орындардың бірін алады талдауда химиялық жүйелер. Бүгін әр кім байланысты химиямен немесе құрамын зерттейді заттар міндетті жақсы бағдарлай физикохимических талдау әдістері. Бөлуге болады әдістерін бірқатар пайдаланылатын аналитикалық химия. Хроматографиялық, спектралды әдістері пайдаланады көптеген ғылыми-зерттеу зертханасы сапасын бақылау. Атап өткен жөн үлкен қызығушылық және практикалық қолдану осы әдістердің әр түрлі салалардағы адам қызметінің және ағу хроматографических және оптикалық процестер табиғатта. Тек аударуға қолдану: талдау қоршаған ортаның ластануын талдау, тамақ, дәрі-дәрмек, клиникалық талдау, токсикологиялық және сот қолдану және т. б.

Орын хроматография саласындағы молекулярлық талдау органикалық қосылыстар. Хроматография басым үстінен басқа әдістермен бөлу, заменяя. Бұл туралы жүргізілген АҚШ сауалнама пайдалану туралы әр түрлі аналитикалық аспаптар 3000 зерттеу орталықтары [1]. Хроматографиялық аспаптар бірінші орын алады ретінде дәрежесі бойынша пайдалану, сондай-ақ өсуіне олардың қажеттілігі.

Алайда, өткізу кез-келген хроматографиялық талдау жиі ұласады басқа да физикалық-химиялық әдістермен талдау. Оптикалық әдістері жүргізуге мүмкіндік береді сапалы және сандық анықтау заттар. Жан-жақты талдау үшін заттың түпнұсқалығын, болуы қоспалар сандық анықтау қолдануды болжайды әр түрлі физика-химиялық әдістері. Үшін сипаттау кез келген химиялық

қосылыс білу қажет, оның оптикалық қасиеті, қабілеті, бөлу және адсорбция әр түрлі материалдарда, сондай-ақ мүмкіндігі оның бөлу. Айта кету керек, хроматографиялық, оптикалық әдістері (спектрофотометрия (УК-, түрі), ИК-спектроскопия және т. б.) өзара бәсекелеседі, ал бір-бірін үйлесімді толықтырып.

Хроматографиялық талдау әдістері

2003 жылы 100 жыл толды ашылған сәттен бастап бір ең жемісті әдістерін зерттеу құрамын күрделі көпкомпонентті қоспалардың заттар - хроматография. Бұл ашу принадлежит орыс ботанику М. Б. Түсі, ол алғаш рет шектелмей, қарапайым бақылауы құбылыстардың адсорбция өсімдік пигменттер ұнтақ тәрізді адсорбентах, бірақ түсіндім, бұл қарапайым тәжірибелерде алдында приоткрылась шымылдық болған жері белгісіз болған, оның шын мәнінде необозримые мүмкіндігін зерделеу құрамы мен қасиеттері әртүрлі заттар. Алғаш рет терминдер "хроматографиялық әдісі" және "хроматограмма" пайда болып, екі-баптарында М. С. Түсті 1906 ж., бұл термин "хроматография" болса, онда біз табамыз, оның шығармаларында сол жылдың [1].

"Хроматография (грек тіл. хроматос - түс) - физикалық әдіс бөліну, бөлу компоненттері арасында бөлінген екі фазалардың біреуі неподвижна (неподвижная фаза), басқа (жылжымалы фаза) белгілі бағытта жылжып келеді" (терминология ИЮПАК, 1993 ж. [2, 3]).

Алайда хроматография болып табылады ғана емес, жеке әдіспен бөлу". Хроматографию анықтауға болады ретінде ғылымға әдістері туралы бөлу, сондай-ақ сапалық және сандық анықтау компоненттердің сұйық және газ тәріздес қоспалар, негізделген, олардың әр түрлі сорбция (адсорбция, бөлу және т. б.) динамикалық шарттары. Динамикалық жағдай простейшем случае құрылады қозғалысы кезінде талдау жүргізеді руемой қоспасының компоненттерінің (жылжымалы фаза) қабаты арқылы сорбент (неподвижная фаза). Қозғалмайтын фаза (ҰҚ) хроматография мүмкін қатты және сұйық сорбенттер. Жылжымалы фаза (ПФ) - газ немесе сұйықтық арқылы өтетін хроматографическую бағанды.

Жіктеу әдістерін хроматографических

Агрегаттық күйі бойынша фазалардың.

Газды хроматография - жылжымалы фаза (ПФ) болып табылады; газбен газотвердофазная (неподвижная фаза (ҰҚ) - қатты зат), газожидкостная хроматография (неподвижная фаза - сұйықтық).

Сұйықты хроматография - жылжымалы фаза - сұйықтық; сұйық - твердофазная хроматография (неподвижная фаза - қатты сорбент), сұйықтық - сұйықтық хроматография (неподвижная фаза - сұйықтық).

1. Нысан бойынша қозғалмайтын фаза. Бағаналық хроматография (ҚХ). Планарная хроматография - неподвижная фаза салынуы жазықтық (қағаз түрінде хром. (БХ)), хроматография жұқа қабаттарда (ЖҚХ).

2. Механизмі бойынша сорбция.

Адсорбционная - сіңіру қатты сорбентом есебінен күштері межмо - лекулярного өзара іс-қимыл.

Электр - әртүрлі ерігіштігі жылжымалы және қозғалмайтын фазалардағы.

Ион алмасу - айырмашылықтар электростатическом өзара іс-қимыл иондар ионогенными топтары сорбенттер.

Басылатын - айырмашылық ерігіштік бөлінетін заттар.

Лигандообменная - айырмашылық қабілетін құруға үйлестіру қосылыстар анықталатын компоненті.

Эксклюзионная - бөлу негізделген әртүрлілігі мөлшерде және нысанда молекулалардың.

3. Тәсілдері бойынша жүргізу хроматографиялық процесс.

Алдыңғы, итеріп тастау, элюентті.

Кез келген хроматографиялық әдіс еріген заттың стационарлы және жылжымалы фазалардың арасында таралу дәрежесіне негізделген. Екі фазаның арасында орнаған тепе-теңдікті таралу коэффициенті не таралу константасымен өрнектеуге болады

Физико-химиялық идентификация әдістері. Хромаграфиялаудан соң Әр бір жіктелген затты кейін басқа әдістерімен зерттеу ыңғайлы. Жұқа қабатты хроматографияда бір қиындық-сорбент қабатын түсіріп алу және одан затты жуып тастау. Кейін оны ИК және УФ спектрометрия әдісімен , рентгенқұрылымдық талдау, ЯМР және т.б. әдістерімен алуға болады.

Мөлшерлік талдау әдісі-жұқа қабатты хроматография әдісінің бірнеше түрі бар, әр бірі әдістің дамуын сипаттайды. Кейбіреулерін жартылай жұқа қабатты джеп есептеуге болса, олар осы уақытқа дейін кездеседі.

Визуалды салыстыру әдісі. Дақтың бояулану интенсивтігі мөлшеріне және оның өлшемі хроматографиялану әдістің байланысты. Сондықтан визуалды мөлшерлік анықтауы бірнеше тәсілін негізінде құрастырылған.

Сұйылту әдісі. Бұл әдіс мағынасы мынада, ол әр бір зат үшін хроматографиялық әдіспен анықтай ламайтын заттын шекті концентрациясы анықталады. Зерттелетін заттын хроматография әдісі кезінде заттын сұйылтуын пластинада зат көрінбей қалатын уақытқа дейін өткізеді. Заттын бар болуын келесі формуламен анықталады $C = a \cdot n$.

мұндағы n -сұйылту, a -хроматографияда сезілмейтін кезіндегі зат концентрациясы.

Дақ ауданын анықтау әдісі. Егер зерттелетін заттын және куә бірдей көлемдерін еңгізсе, онда хроматографияленген соң дақ аудандары зат концентрациясына тура пропорционал $S = a \ln c + b$, мұндағы a және b -эмпириялық тұрақтылар, эксперимент жүзінде анықталады.

Егер бөлінге заттын дағы шұғыл шекараларына ие болса, онда дақ ауданы салмақты әдіспен анықтауға болады(дақты қиып алып салмақтау керек), планиметр мен өлшенеді. Бұл әдіс 10-15 пайызға дейін қателікті береді.

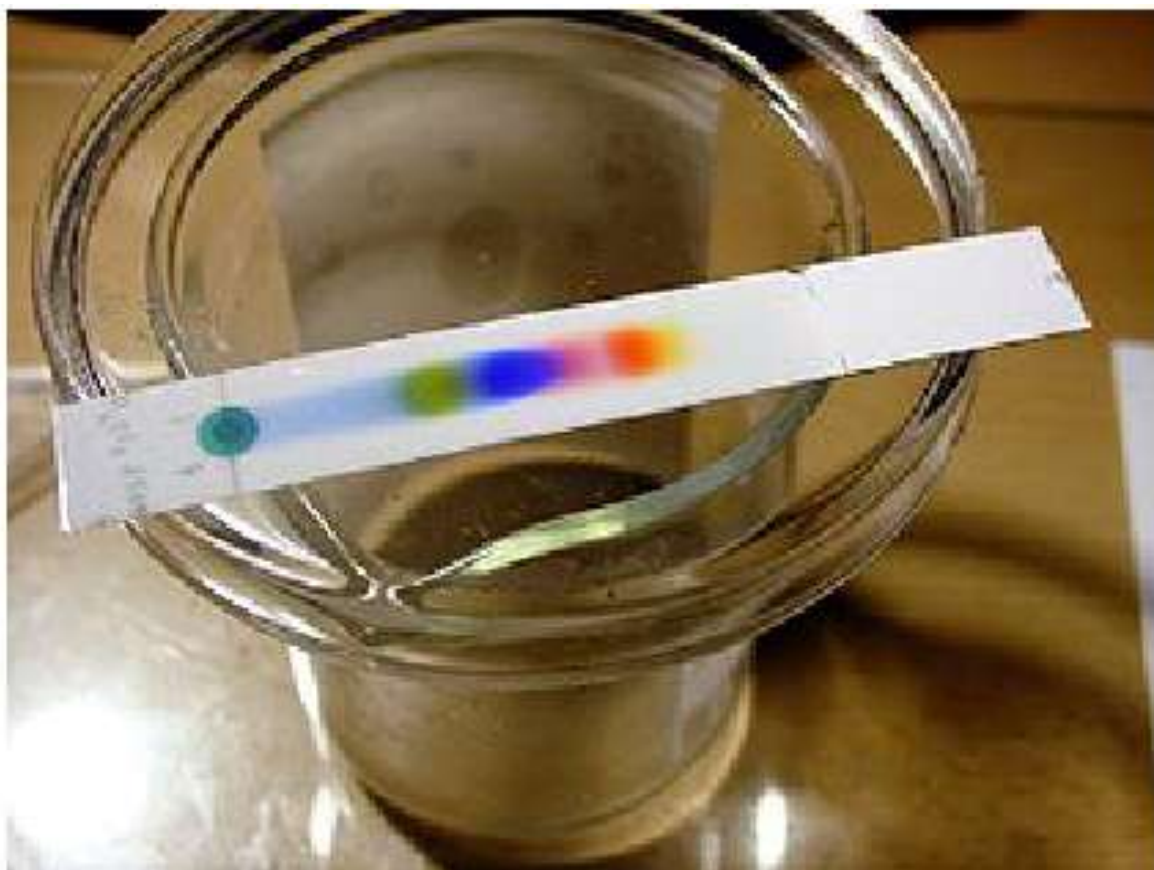
Бірақ кейбір кемшіліктер бар. Бірінші және маңыздысы мынада, боялған заттардың концентрациясын анықтауға болады, немесе анықтаудың қателігі арта түседі. Бұл кемшілікті сорбентке әр түрлі люминофорлерді қосып, жоюға болады. Пластиналарды сіңірту заттармен (реактивтермен) өңдеу үшін сүзгі қағаз сіңірткіш реагентімен бірге кейін хроматографиялық пластинамен

түйістірілген және одан әрі ондағы сіңген заттын ауданын анықтау. Сандық анықтаудың сенімді нәтижені алудың қажеттілігі инструменталды әдістерді қолдануға әкеп соқты.

Элюирлеу әдісі. Бұл әдіс бөлінген затты сорбенттен еріткішпен жуып тастап оның концентрациясын басқа әдістерімен анықтау-фотометриялық, полярографиялық және т.б. Бұл жеткілікті дәл әдісі, бірақ тек қана бөлінген заттың сандық анықтаудың шартында. Жоғары еңбекқорына байланысты анда-санда қолданылады және зерттелетін сынақтардың үлкен санында қолдана алмайды.

Фотографиялық әдіс мағынасы мынада: бөлінген затпен пластиналарды суретке түсіру кезінде және қараңғылаты дәрежесін анықтауымен, десинтометрлерді қолдануда.

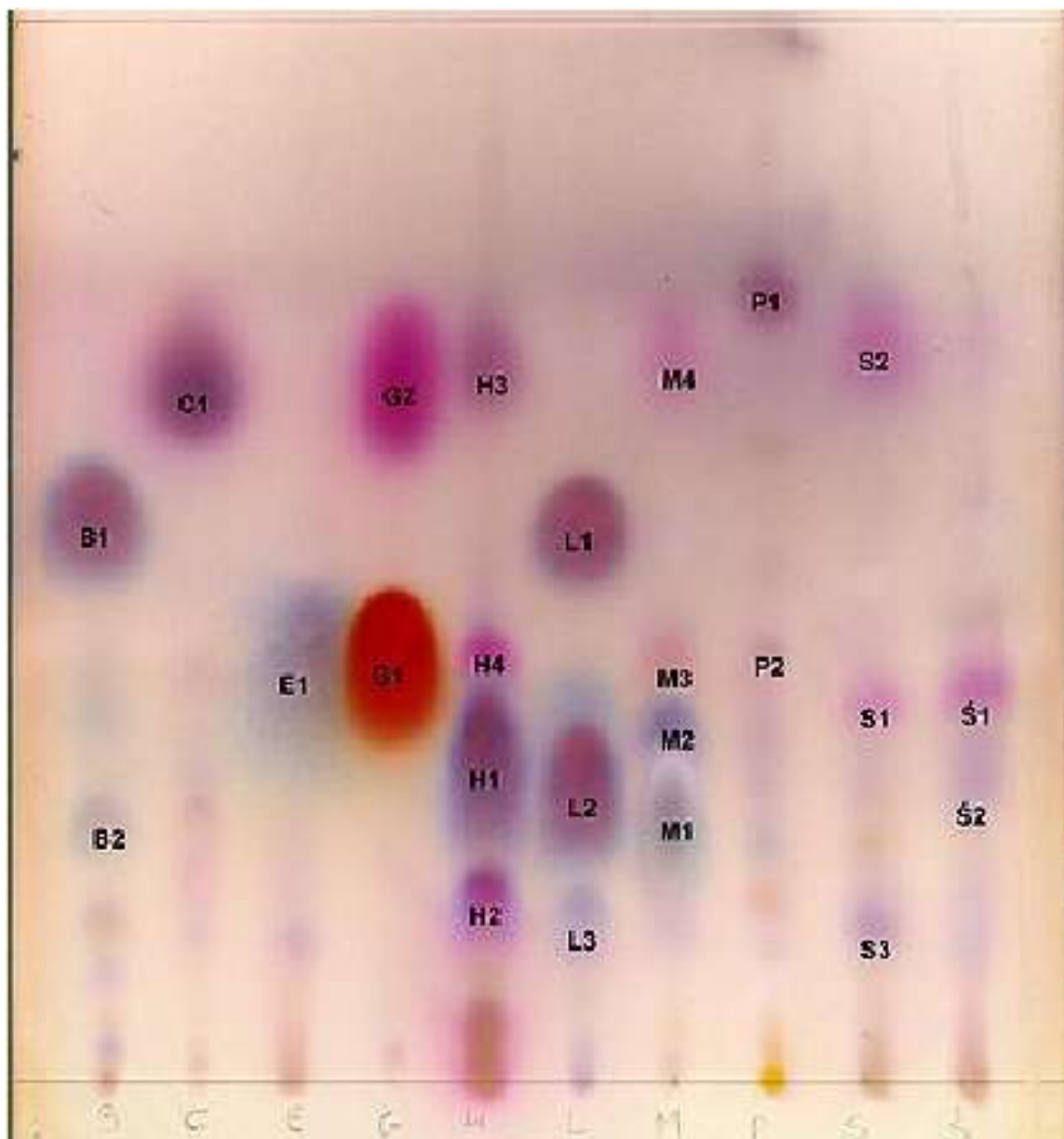
Радиографиялық әдісі: фотометриялық әдіске ұқсас, бірақ бір айырмашылығы бар, бөлінетін заттың сәулеленуімен пластина қараңғылауы анықталады. Бұл әдіс тек қана таңба қойылған атомдар әдісімен ғана қолданылады. 13 суретте шыққан хроматограмма түрі көрсетілген.



Сурет13 -Қара сия үлгінің хроматограммасы

Бұл зат концентрациясын анықтайтын ең дәл әдісі, дәл сандық анықтауларды бөлу үшін (2-10 пайызға дейін) пласниарада ең қысқа уақыт мерзімінде анықталатынды қанағаттандырады.

Селесі 14 суретте эфирлі майдын он сынаққа ваниль енген үлгілердің хроматограммасы келтірілген.



Сурет 14 –Ванилинмен сіңген 10 эфирлі майлардын хроматограммалары

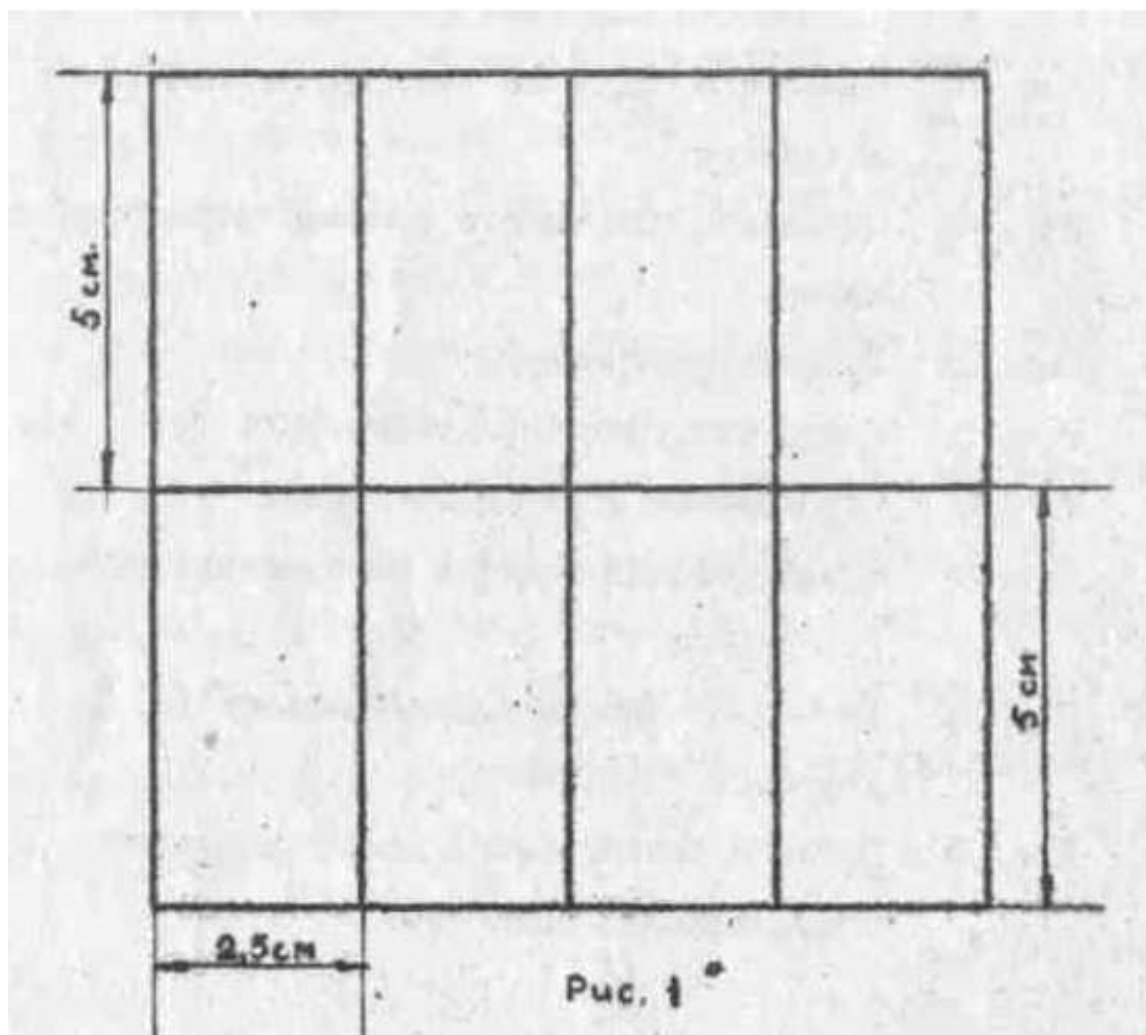
Жұмысты орындау бойынша нұсқаулары

ЖҚХ әдіспен талдауды жасау үшін бірнеше тізбекті операцияларын жасау керек.

1.Талдауды жасау үшін сынақты даярлау әр бір жеке жағдайда нақты тәжірибеге тәуелді өзгеше болады.

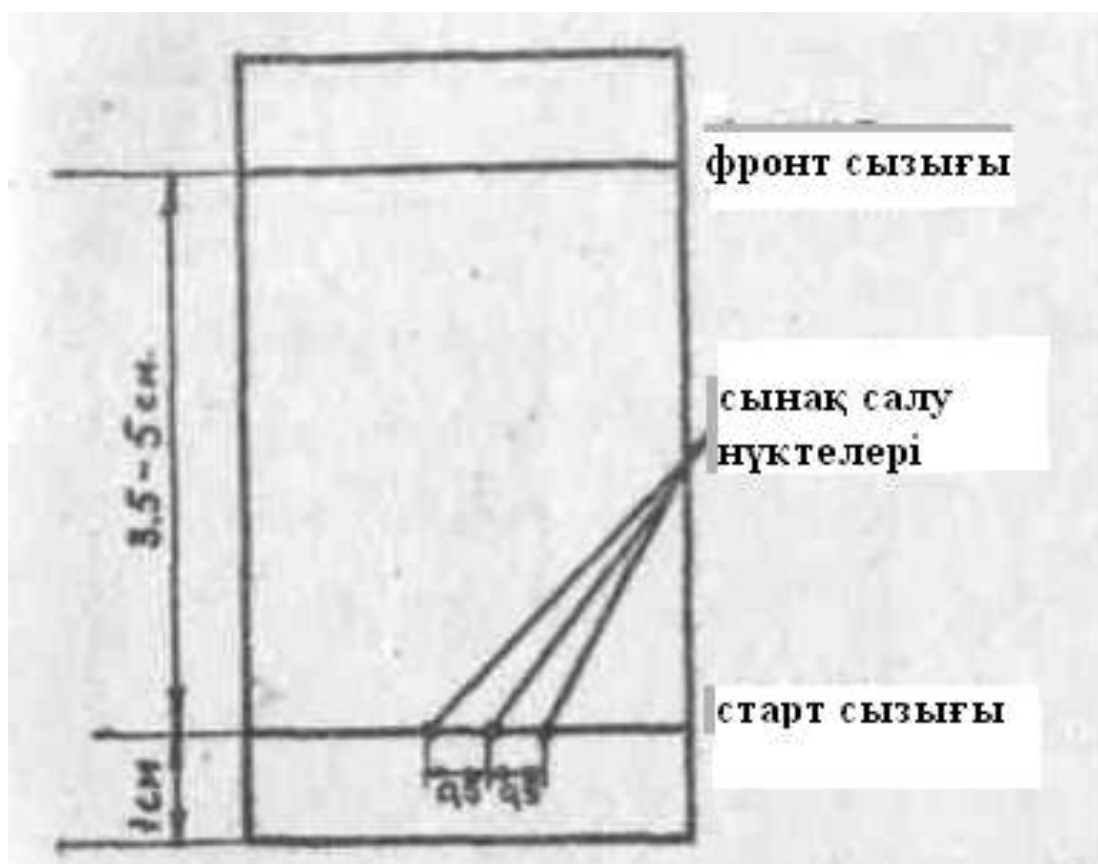
2. Хроматография үшін пластинаны даярлау

а) Пластинаны орау қорабынан алып, стол үстіне орналастырады және сызғыш көмегімен 15 суреттегідей белгі қояды. Белгі бойынша пластинаны өлшемдеі 2,5х5 см өлшемдері 8 пластинаға қыип алады.



Сурет 15- Хроматография үшін пластина белгілеуі

Б) Әр бір пластинада старт сызықтарын белгілейді (жұмсақ қарындашпен сызғыш бойымен пластинанын төменгі иегінен 1 см қашықтықта)және фронт сызығын (старт сызығынан 3,5-5 см қашықтықта)өткізеді. Старт сызығы – зерттелетін зат сынағын орналастыратын сызық. Фронт сызығы –элюент көтерілетін сызығы(еріткіштер қоспасы немесе хроматография өткізілетін бір етіткіш енемес еріткіштер қоспасы). Старт сызығында 0,5 см қашықтықта бір-бірінен қарындашпен нүктелер белгіленеді, олардын үстінен содан соң сынақтары еңгізіледі. Ол 16 суретте көрсетілген.



Сурет 16- Хроматография үшін пластина белгілеуі

3. Пластинаға талданылатын заттын сынақтарын және «куәгер» орналастыруы

А) Капиллярды бір ұшымен ыдысқа (тамшылау әдісі үшін тақта ұяшығына), мұнда талданылатын заттын немесе «куәгер»дің ерітіндісі орналастырылған бұл кезде ерітінді 1-2 см биіктікке көтеріледі. Пластинаға капиллярға сынақты орналастыру кезінде

Оны тік қалпында ұстап тұру керек, бұл кезде қолсабы пластина орналасқан стөлге тірелуі керек. 17 суретте бұл әрекет көрсетілген.



Сурет 17-Хроматографиялық пластинаға сынақты орналастыру

В) Капилляр мен аздап пластина бетіне, старт сызығына (тийістіру нүктесінде қабатты қиратпай) тиію керек. Бұл кезде ерітінді адсорбент қабатына сіңіреді. Капилляр неғұрлым адсорбент бетін тийеді, соғұрлым старт дақ диаметрі үлкен болады. Старт дақ диаметрі 2-3 мм ден аспау керек екеніне көз жеткізу керек.

Г) Қажет болса сынақтың үлкен көлемін орналастыруы қажеттілігі бар болса, капиллярмен адсорбент бетін бірнеше рет тийістіру керек., әр бір рет пластинаны ауада кептіру керек (әр бір тиістіру кезінде дақ диаметрі 2,3 мм ден аспай керек). Егер сіз капилляр мен адсорбент бетін дәл солай 10 рет тиістірсеңіз, онда ол сынақтың 1 мкл-не сәйкес келіп тұрады (1 мкл-0,001 мл).

4. Хроматографиярлеу

А) Жиынтықта екі шыны хроматографиялық камералары бар және екі жабқыш шыны, қақпақретінде қолданылатындар. Жеке колбада немесе цилиндрде элюентті жасайды, қажетті мөлшерде әдістемелікте келтірілген ерітіндімен араластырады. Пипетка арқылы хроматографиялық камераға элюентті қуяды (элюент биіктігі камера түбінен 0,5 см артық болмау керек).

Б) Сынақтар салынған пластинаны пинцет көмегімен тік камераға орнатып қақпақты жабады. Бұл 18 суретте келтірілген.



а



б

Сурет 18-Хроматографиярлеу

В) Капиллярлы күштер әсерінен элюент пластина арқылы жоғары көтеріліп, бұл кезде қозғалыс жылдамдығы элюент тұтқырлығына тәуелді (тұтқырлы элюентте қозғалыс баяулау жүреді). Элюенттің көтерілу биіктігінің артуымен оның қозғалысы баяуланатындығына назар аудару керек. Әдетте ЖҚХ жүгіруі 3,5-5 см (кейбір жағдайларда өте күрделі бөлгіштері үшін жүгірмелері 7-8 см болуы керек). Бұл кезде элюенттің фронт сызығына (пластинада бізбен белгіленген) жеткенде, камера қақпағын алып тастайды, пластинаны пинцетпен алып тастайды және сүлгі қағазға (пластинаны жоғарғы иегі арқылы клипса көмегімен ілу керек (сур.16 көр), прищепка немесе скрепка штативте сорып алу шкафта ауада кептіру үшін элюенттің толық буға айналуына дейін іліп тастауға болады).

5. Пластинада заттарды табу немесе детектірлеу

Егер сынақ компоненттері меншікті бояу бар болса, онда олар ЖҚХ дан соң пластнада жақсы көрінеді.

Органикалық және органикалық емес заттарға әр түрлі химиялық реганттері бар:

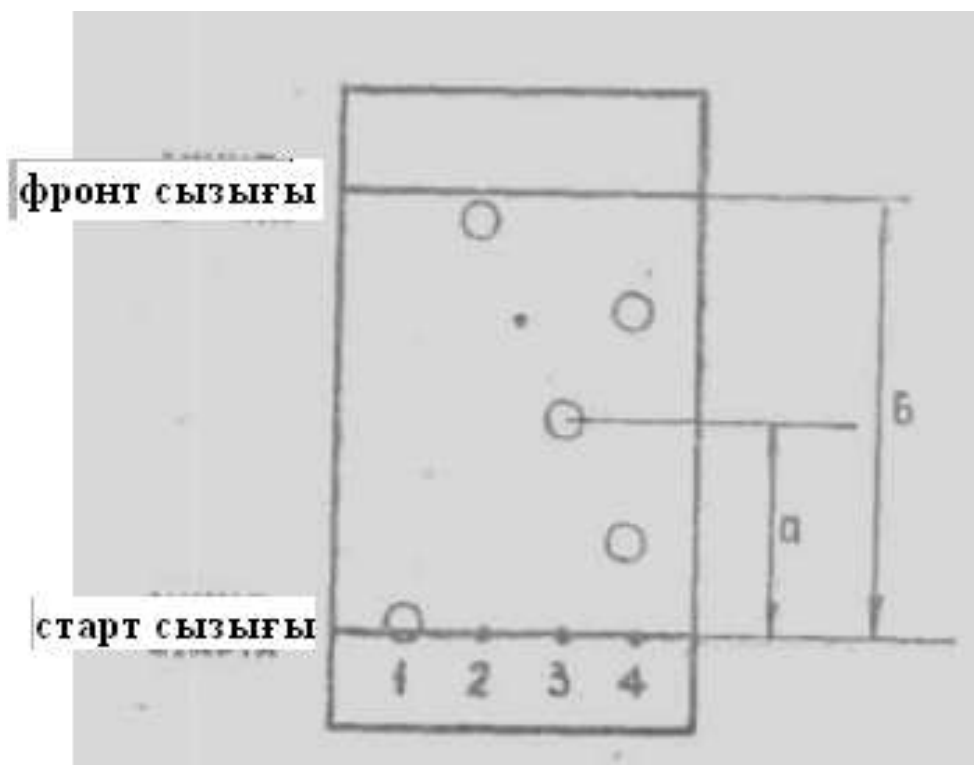
А) оларда хроматограммаларды ұстап тұрудан кейін көбінесе органикалық қосылғыштарымен адсорбцияланатын йод булары, саы-қоңыр зоналарды құрады. Ол үшін йод кристалды Петри шыныаяқ түбіне орнатады, ал маңында платинаны йодқа тиіспей етіп пластинаны қояды. Шыныаяқты қақпақпен жабады және 5-15 минутқа қалдырады. Боялған зоналары пайда болған соң пластинаны алып тастайды және шынымен тығыз жауып тастайды(йод буланып кетпеу үшін). Егер кейбір уақыт өткеннен кейін дақтар жоқ болып кетсе, прорәсімді қайталау керек.

В) бөлінген қосылғыштарыдың боялған зоналары реагенттер мен хроматографиядан кейін пластина сіңгуі

Сәйкес келетін реагенттер ерітінділерін дайындайды, оларды биіктігі 0,5 см Петри шыныяққа 2-3 секундқа орналастырады, сонан соң пинцетпен алып тастайды, сүзгі қағазға ауыстырп басқа сүзгі қағазбен сіңдіреді. Содан соң ауада хроматограмманы кептіреді немесе электқыздырғышта немесе спиртовка үстінде, асбестті торы бар сақинада немесе өртқорғау қабатта қыздырады. Осындай жол мен даярланған сіңу үшін реагенттер жалпы әрекетті болуы мүмкін, (мысалы этанол бар күкіт Қышқылы қоспасы көбінесе органикалық заттарды қараңғы зоналарды түзіп көмір қалпына келтіреді немесе заттын осы сынап үшін спецификалық әрекетті құрады.

6. Қойылған міндеттеріне тәуелді нәтижелердің бағасы әр түрлі болады. Әдістемелік нұсқауларында әр бір ұсынған әдістемеде жұмыстың мақсаты тұжырымдалады.

ЖҚХ негізгі параметрі болып R шама болып табылады, ол пластинадағы заттын қозғалтқыштығын сипаттайды. 6 суретте хроматограммада R ді қалай есептеуге боладындығы келтірілген. Сызғыш көмегімен стартты нүктеден дақ центіріне дейін ара қашықтықты өлшейді- шама (а), пластина бойынша зетөтетін ара қашықтық) Содан соң старт нүктесінен фронт сызығына дейін ара қашықтығын өлшейді –шама (б) (пластинадағы элюент қозғалған ара қашықтығы). R шамасы (а)ның (б)ге қатынасы сияқты анықталады, яғни $R=a/b$. Бұл тәсіл 19 суретте көрсетілген.



Сурет 19-R –ді анықтау

ЖҚХ көмегімен белгісіз затты анықтау үшін «куягер» болу қажет. «Куягер»- бұл талдау жасалатын сынақта осы затты табамыз деген мен бірге пластинаға орнататын стандартты зат. Егер «куягер» сынақтың қандай да болсын компонентінде бір деңгейде қозғалатын болса, (бірдей R мәндерге ие), онда сынақтың дәл осы компоненті осы қосылғыш болып табылады.

Жұмысты орындау тәртібі

Сия және пасталарды талдау

Жұмыстың мақсаты: сия және пасталар талдау мысалында жұқа қабатты хроматография әдісімен зат қоспалардың бөлудің қазіргі әдістердің бірі танысу, сонымен бірге көбінесе сиялар мен пасталар боятқыштар қоспасын ұсынаатындайғына көз жеткізу.

Сіздерге шарикті қаламдардың немесе фломастерлер сиялардың пигментті құрамын зеттеуі ұсынылады. Ең қызықты нәтижелер сиялардың және қара түсті пасталардың талдауы кезіндегі нәтижелері.

Жұмыс жүрісі:

1. Ақ түсті қабаты жоғарыда қалатындай етіп алдарыңызға хроматографиялық пластинаны орнату керек.
2. Пластинаның төменгі қырынан 1 см қашықтықта старт сызығын өткізіңіз., ал содан соң еріткіштің фронт сызығын өткізіп алыңыз. Старт сызығында сынақ салу нүктелерін белгілеп қойындар.
3. Абсорбент қабатын қиратпау үшін, фломастер мен сынақты орналастырған сол жақтағы нүктеге түртіңіз, Алынған дақ диаметрі 3 мм дей болу керек.
4. Ол үшін сүзгі қағаз бетінде 1x1 см квадратты, немесе диаметрі 1-1,5 см дөңгелекшені шрихтендер. Штрихтелген сүзгі қағазды этанол еріткіштер жүйесіне орналастырындар: ацетон (1:1). Паста ерітіндіге ауысқан соң, оны хроматографиялық талдауға қолдануға болады.
5. Қара паста ерітінді сынағын оң нүктесіне келтіру керек. Оны капилляр көмегімен жасауға болады. Капиллярды тік ұстап қара пастаға түсіріңіз. Оның капилляр бойымен көтерілгеніне көз жеткізіңіз. Сынақты салған оң нүктесіне капилляр мен түртіңіз. Капиллярды тік ұстап тұрыңыз. Бұл кезде қолымыз стол үстіне тірелуі керек. Алдындағы жағдайлардағыдай сынақ диаметрлеріні 3 мм ден артық болмау керек.
6. Хроматографиялану камерасына ерітінділер жүйесін құю керек. Ерітінділер қабаттың биіктігі 0,5 см ден аспау керек. Камераны жабқыш шынымен жабу керек.
7. Пластинаны оған орналастырылған затсынағымен пинцет көмегімен жоғарғы иігінен алып хроматографиялық камераға қою керек(сур.16бқара). Камераны жабуға ұмытпандар!
8. Ерітіндінің көтерілуіне көз жеткізу керек. Еріткіш фронт сызығына дейін көтерілген кезде, пластинаны алып тастау керек. (ол үшін пинцетті қолданыңыз).
9. Алынған хроматограмманы қарастырып, қорытындыны жазып, оны зертханалық жұмыстың есеп беруіне бекітіңіз.

Мақсатқа жетудің өзіндік бақылауы:

Егер зертханалық талдау нәтижелердің салыстырмалы қателігі 10 % құатын болса, мақсатқа жеттік деп есептейміз. Керісінші жағдайда жұмыс нәтижелердің талдауын жасап мүмкін болған қателіктерін жою керек. Егер есептеулерде қате жоқ болса, жұмыс жүрісін талдап жаңадан жасау керек.

Есеп беру түрі

Зертханалық жұмыс бойынша есеп беруді тапсырып қабылданған түрінде қорғап сессабустағы уақыт мерзіміне сәйкес баға лау керек.

Үй жұмысы

«Хроматографи түрлері» тақырыбына глоссарийді 25 ұғымынан аспайтындай көлемде құрастыру керек.

Бақылау сұрақтары және тапсырмалары:

1. Бірінші және екінші сынақты бөлу кезінде неше түсті зоналарды сіз бақыладыңыз? Олар қай түсті?
2. Сол немесе басқа қара сиялардың құрамына неше бояулатқыштары кіреді?
3. Қара сия мен қара паста жеке зат еріткіші болып табылады ма немесе олар зат қоспалары ма?
4. ЖҚХ да сорбенттердің қай түрлері қолданылады?
5. ЖҚХ ның кемшіліктері мен жетістіктері неде?

Қолданылатын әдебиеттер тізімі:

1. Аносов В.Я., Озерова М.И., Фиалков Ю.Я., Физико-химиялық талдау негіздері, М., 2005

Тақырып 9 Спектрофотометрдің еріндінің оптикалық тығыздығын концентрацияға тәуелдігін зерттеу үшін қолдануы

Сабақтың оқу мақсаты:

Атомдар құрылысы мен және ішкі және молекулааралық өзараәрекеттері меншығару, жұту және шашырау спектрі байланысында негізделген спектралды және люминесценцентті талдау әдістері өте маңызды, Спектрлер түрлері бойынша және олардың өзгерісі бойынша оларға сыртқы факторлардың әсерінен атомды және молекулалы құрамын, агрегатты күйін және заттын ішкі құрылысын анықтауға болады, кинетика және ондағы физикалық және химиялық процестердің бөлшектер кинетикасын бақылауға болады. Спектрофотометрия биология мен медицинада әртүрлі қосылғыштардың сандық және сапалық талдауын өткізу үшін, сонымен бірге биомолекулалардың физико-химиялық күйін оқу үшін қолданылады. Бұл әдістің қолдануы жасушалар мен ұлпалардың тұтастығын бұзбай ондағы химиялық процестердің жүрісін, сонымен бірге молекулалардың және биологиялық құрылым күйлері туралы бақылау үшін мүмкіндік береді.

Зертханалық жұмыстың мазмұны спектрофотометрдің жұмыс жасау принципін оқу, еріндінің оптикалық тығыздығының концентрацияға тәуелдігін зерттеу.

Базалық материал:

Спектроскопиялық әдістерді қолданған кездеуінемі комплексті қосылыстар зерттеледі. Комплексті қосылыстар 380 -760 нм жарық толқынының аралығында қарастырылады. Осыған байланысты оптикалық әдісті фотоколориметрия, спектрофотометрия деп бөлінеді.

Оптикалық

фотоколориметрия спектрофотометрия

Ерінді түсі: түсті түссіз

Фильтрді таңдау аймағы: 380 - 760нм 200 -3000нм

Хим.реакция жүру механизмі: түсті Түссіз, рН-қа байланысты электролит фотометриялық р-сы нәт.аналитикалық реакциясы

Аналитикалық шегі: 10^{-1} - 10^{-5} 10^{-1} - 10^{-7} ; 10^{-1} - 10^{-6}

Барлық спектроскопиялық әдістер жарықтың табиғаты арқылы өрнектеледі. Егер де біз түскен жарықтың қарқындылығы I деп белгілесек, жарықтың негізгі заңдылығын былай түсіндіреді. Түскен қарқындылық белгілі қалыңдықтан өтіп қандай да бір төменгі қарқындылыққа ие болады. Осы жағдайдағы Ламберт –Бер заңы K-жұтылу коэф, l-кювета қалыңдығы I_0 -түскен қарқындылық, I_t -шыққан қарқындылық, (-)-жарық қарқындылығын төмендегенін көрсететін мән.

Осы теңдеуді алғаш қорытындылаған Бугер –Ламберт.

Кейіннен жарықтың әр түрлі қасиетін ескере отырып Бер мынадай $K=K'S$ түзету енгізді. С-ерітінді концентрациясы, K^* -жарықтың жұтылу коэф. әр түрлі толқын ұзындығына байл. Екі ғалым бірігіп аналитикалық мақсатта мынадай қорытындыға келген:

Ерітіндінің оптикалық тығыздылығының өзгеруіне байланысты титрлеудің соңғы нүктесі анықталатын титриметрлік талдау әдістерінің топтары спектрофотометрлік титрлеу деп аталады. Бұл әдісте заттың бар-жоғын ерітіндінің зерттелетін құрамдас бөлігінің оптикалық тығыздығы бойынша емес, жұмсалған реактив мөлшері бойынша анықтайды. Бұл жерде титрлеудің барлық негізгі реакциялары пайдаланылады: кешенді түзіліс, тотығу-тотықсыздану, қышқылдық-негіздік, шөгу.

Фотометрлік титрлеудің әр түрлі жағдайлары мынадай:

1. титрлеу нәтижесінде боялған қосылыс түзіледі;
2. индикатор түсі біртіндеп өзгереді;
3. күшті, әлсіз боялған және лайланған ерітінділерді титрлегенде;
4. әсірекүлгін немесе ИҚ-аймаққа жақын арадағы сәуле шығаруды сіңіретін қосылыстарды титрлегенде;
5. өте сұйытылған ерітінділерді ($c < 10^{-5} M$) титрлегенде.

Фотометрияның титрлеу әдісінің артықшылығы оны автоматтандырудың оңайлығы. Фотометрлік титрлеу әдістемесі ішкі түсті индикаторларды қолдану арқылы да және оларсыз да жұмыс жүргізіледі. Талдаудың бірінші вариантында эквиваленттік нүктені көріп бақылауға арналған тұжырымды барлық заңдар фотометрлік титрлеуде де қолданылады. Белгілі толқын ұзындығында ерітіндінің оптикалық тығыздығы титрлеуді бастағанда іс жүзінде өзгермейді. Индикаторсыз талдау жасағанда титрленетін ерітінділерге немесе реакция өнімдеріне тән сіңіру жолағы болуы керек. Титрлеу нәтижелері негізінде график сызылады, ондағы ордината өсіне оптикалық тығыздық, абсцисса өсіне титрлеуге кеткен ерітіндінің күрделілікті талап етеді.

Шешімі төмен жоғары дәлдіктегі ордината шкаласы және ішінде кіші - ЭЕМ бар сапалы талдауға арналған арзан ИҚ-колориметрлер болады. Кең ауқымды күрделі жұмыстарды орындауда интерференциялық аспапты қолдану талап етіледі. Мысалы, заттар қоспасының көп санды құрамдас бөлігі керек болды дейік, осындай себептерді шешуге ИҚ-Фурье спектрі қажет-ақ (кең аралықтағы айыруы жоғары спектр); тез арада беттестіру спектрлі жазуға өте ұзақ уақыт қажет ететін аса әлсіз сигналдарды тіркеу (мысалы, күшті және әлсіз сіңіретін Үлгілер). Фурье-спектрометрдің өнімділігі көп үлгілер санын талдағанда артады.

Дайындықтың әр түрлі әдістерін талап ететін түрліше Үлгілердің спектрін жай тіркегенде интерферометр айтарлықтай ерекшелікке ие болмайды. Спектрдің шектелген аймағында ескіше талдау жасағанда, интерферометрлік ешқандай ерекшелік танытпайды, мұндайда дисперсиялайтын спектрофотометрлер ұтымды.

Зат үлгісін спектрлік приборға енгізудің әр түрлі тәсілдері бар. Үлгіні, мысалы, ИҚ-спектрометрге қоюдың тәсілін таңдау белгіленген мақсатпен

анықталады. Атап айтқанда, сапалық және сандық талдау үшін молекула құрылысын анықтау, заттың сұйытылған ерітінділерінің спектрлерін алуға өте ыңғайлы, мұндайда сіңіру жолағының ең жоғарғы мәніне, интенсивтігіне және контурына молекулааралық әрекет әсерлерді есептемеуге талап қойылады. Ол үшін спектрлерінде сіңіру жолақтары аз, мысалы, төрт хлорлы метан, күкіртті көміртегі сияқты еріткіштерін қолданған орынды, ал сұйық заттардың жұқа қабаттарын тұзды терезелер түрінде, мысалы калий бромиді, не цезий йодиді сияқты мөлдір де қатты тұздар аралығында орналасқан сұйықтық жіңішке түтікше қабаты талданады.

Зат бөлшектерімен түскен сәуле шығаруды шағылыстыруға және шашыратуға кеткен шығынды жою үшін қатты ұнтақ тәріздес үлгілер әдетте, тұзды терезелер аралығында вазелин майындағы суспензия немесе калий бромидінің сығымдалған түрінде зерттеледі. Сұйықтық күйдегі құрамның сапалық және сандық ИҚ-талдауының ерекше жағдайында, әсіресе, судағы ерітінділердің, мысалы, биологиялық заттардың аздаған мөлшері, пластмасса, қатты денелер, ұнтақтар, аса жұқа қабыршақтар (0,6-2 нм), әр түрлі негіздегі беттік түзілістерді және толық ішкі шағылу әдісін пайдаланады.

Бұл әдіс бойынша, екі ортаның бөліну шекарасына сәуле шығару үлкен бұрыш жасай түскенде, жарық шоғы екінші оптикалық тығыздығы аздау ортаға өтеді. Егер орта мөлдір болса (оптикалық тығыздық $A = 0$), онда ішкі шағылу болады ($R=100\%$). Ал сіңірілу болғанда ($A \neq 0$), түсетін сәуле шығарудың сіңіретін ортамен әрекеттесуінен интенсивтігі әлсірейді ($R < 100\%$). Мұндай әлсіреу екінші ортаның (үлгі) ену тереңдігіне және сіңіруіне байланысты. Егер зерттелетін Үлгіні шағылдыратын беттерге аса жабыстыра қысса (оның міндетін зонд-призма немесе талий, германий және т. б. бромиді әзірлеген $KRS=5$ элементі атқарады), онда зерттелетін зат Үлгісінде әрбір шағылудан кейін жарық шоғы шамалы қашықтықты басып өтеді ($10^{-4} - 10^{-3}$ см) және зондтың шығатын жерінде Үлгінің сіңіру спектрі жөнінде мәлімет алынады. Шағылан сәуле шығару Үлгінің өткізу спектріне ұқсас сіңіру спектрін береді.

Шындығында, бұл әдіс бірнеше параметрлерге, оның ішінде призма мен үлгінің сыну көрсеткішіне, сәуленің түсу бұрышына және Үлгінің ауданына, шағылу санына, толқын ұзындығына және сәуле шығарудың полярлануына тәуелді. Фурье-спектрлерімен аналитикалық мәселелерді шешуде аталмыш әдістің болашағы өте зор. Бұл әдіспен әдеттегі қатты және сұйық күйде "қолайсыз" объектілер талданады, (мысалы, тағамдық өнімдер, резина шайырлар. ИҚ-аймақта мөлдір емес металл мен пластмасса сияқтылар).

Электромагниттік сәуле шығарудың оптикалық диапозонында газдар және газ қоспасының абсорбциялық талдауы. нақты есепке байланысты таңдап алынған спектрлік аспап негізіндегі терезелері сәйкес оптикалық материалдардан жасалған газ астаушалары арқылы орындалады. Астаушада соқтығысу салдарынан пайда болған қысымның жолақтың кеңеюіне тигізер әсерін азайту үшін, инертті газдардың біреуімен. оны көбінесе құрғақ азотпен қалыпты қысымға жеткізеді. Әдетте, бұл заттың немесе зат қоспасының өте аз,

іздік мөлшеріне сезгіштікті арттырады және сандық талдау жасауға мүмкіндік береді.

Абсорбциялық спектроскопия әдістерімен ауаның ластануын зерттегенде және бірқатар ғылыми-зерттеу есептері мен мәселелерін шешкенде, оптикалық жолының ұзындығы жүз метрге дейін және одан да артық көпжолды газ астаушалары қолданылады. Мұнда коршаған ауа CO, NO, N₂O сияқтылармен ластағанда, сезгіштігін миллиардтың 0,1-1,0 бөлігіне жеткізуге болады. Спектрофотометрлік талдауды өткізу және үлгіні дайындаудың арнайы реті, ұсақ та кіші үлгілермен жұмыс істегенде, төменгі және жоғарғы температурада, жоғары қысымда, жылу мен жарық әсерінен ыдырағандағы өнімдермен және т. б., сол сияқты ӘК-көрінетін және ИҚ-спектроскопия әдістерін хроматографиямен үйлестіру кезінде қолданады

Атомдық спектрлер. АСТ-ның физикалық негізі. АСТ әдістері: сапалық және сандық эмиссионді, атомды— абсорбциялық және атомды — флуоресценттік. Аспаптар мен эксперимент техникасы.

Атомды спектрлік талдау (АСТ) жұтылу мен шығару атомды (ионды) спектрлері бойынша үлгінің элементті құрамын анықтайды.

Сапалы АСТ-да зерттелетін заттан алынған спектрді арнайы кестелер мен атластарда келтірілген элемент сызықтарының спектрімен салыстыруды жүзеге асырады.

Сандық АСТ-ң негізінде анықталатын элементтің концентрациясын байланыстыратын анықталатын қоспа I₁ сызығы мен салыстыру I₂ сызығының

интенсивтіліктерінің қатынасы жатыр:
$$\lg \frac{I_1}{I_2} = b \lg c + \lg a$$

мұндағы, a және b — зерттеу жолымен анықталатын тұрақтылар.

Атомды эмиссионды спектрлік талдау әдісі деп қоздыру көзі әсерінен пайда болатын заттың құрамын атомдарының сәулеленуі спектрі бойынша анықтау әдісін айтады (доға, шок және т.б.). Сәулелендірілетін заттың сәулелену спектрлерін алу үшін *оның құрамын шағылдыратын үлгіні алады да, оны сәулелену көзіне кіргіздіреді (атомизатор). Осында қатты және сұйық үлгілер* буланады, қосынды диссоциирленеді және еркін атомдар (иондар) қозу күйіне көшеді. Атом қозу күйінде қысқа уақыт $\sim 10^{-7} - 10^{-8}$ с болады және қалыпты немесе аралық күйге оралады. Атом артық энергиясын фото немесе квант жарығының сәулеленуі түрінде береді, оның мәні келесі теңдеулермен анықталады: $\Delta E = E_2 - E_1 = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$ (7) мұндағы, E₁ және E₂ — сәйкесінше жоғары және төменгі деңгей энергиялары, эВ;

ν -сәулелену жиілігі; h — Планк тұрақтысы; c-жарық жылдамдығы;

λ — сәулеленудің толқын ұзындығы. Қозған атомдағы белгілі бір энергетикалық көшуге сәйкес келуші қандай да бір толықын ұзындығының сәулеленуі, спектрлік сызық деп аталады. Атомдардың әртүрлі жоғарғы энергетикалық деңгейлерден бір төменгі энергетикалық деңгейге көшуі спектрлік сызықтар сериясының пайда болуына әкеледі. Атомның біріуінен екіншісіне көшуге сәйкес келетін спектрлік сызықтың толқын ұзындығы (7) теңдеуімен анықталады. Әрбір сызық оның жоғарғы деңгейінің энергиясына тең белгілі қозу потенциялына ие. Әрбір элементтің атомы арнайы

энергетикалық деңгейлер жүйесіне ие болғандықтан, олар берілген элементке сипатты спектрлік сызықтарды сәулелендіруге шығарады. Спектрдің оптикалық аймақтарына инфрақызыл, көрінетін және инфракүлгін кіреді.

Эмиссионды спектрлік талдау әдісі. Тіркеу және спектрлік сызықтарының интенсивтілігін өлшеу әдісіне байланысты эмиссионды спектрлік талдаудың визуал, фотографиялық және фотоэлектрлік әдістері бар.

Визуалды әдістер визуалды тіркеуге, талдалынатын үлгінің спектрлік сызығының фотометриясына негізделген және жарық сәулеленуінің қабылдаушы қызметін атқаратын көз қасиеттерінен тәуелді көбінесе қарапайым әдіс болып табылады. Визуалды әдістерді 400-700 нм толқын ұзындығы аумағындағы спектрлерді зерттеуде ғана қолдануға болады.

Визуалды әдістер стилоскопиялық және стилометриялық болып бөлінеді.

Фотографиялық әдістер спектрлерді фотографиялық тіркеуге негізделген.

Графикалық әдіспен спектрді тіркеуші құралдары (аспаптары) спектрографтар деп аталады. Спектрографтардың жұмыс істеу аймағы ~1000 нм толқын ұзындығымен шектеледі, себебі фотографиялық тіркеу әдісін көрінетін және ультракүлгін облыстарда қолдануға болады. Спектрлік сызықтардың интенсивтілігін фотопенкада немесе пенкадағы кескіннің қараюы дәрежесіне байланысты микрофотометр көмегімен өлшейді.

Фотоэлектрлік әдіс талданатын үлгі спектрінің фотометрия және фотоэлектрлік тіркеуіне негізделген. Аналитикалық анықталатын элементтің спектрлік сызығының жарықтық ағыны оны монохромат немесе полихроматпен (квантометрмен) қалған басқа спектрлерден бөлу оны электрлік сигналға түрлендіреді және осы сигнал шамасы бойынша сызықтың интенсивтілігін өлшейді. Жарық ағынын электрлік сигналға түрлендіру электрлік жарық қабылдауыштары көмегімен жүзеге асырылады (вакуумдық фотоэлементтерді немесе фотоэлектрлік көбейткіштерді).

Атомды-абсорбционды талдау анықталатын элементтің еркін атомдарының әрбір элементінің толқын ұзындығы үшін сипаттамалы резонанстық сәулеленуін жинақтапжұтуы қабілетіне негізделген. Талданатын үлгіні қарапайым қабілетті ерітіндіге көшіреді. Жұтылуды байқау үшін талдалынатын ерітіндігін шам жалынына аэрозоль түрінде үрлейді, онда молекулалардың термиялық диссоциациясы жүреді. Осы кезде пайда болған көптеген атомдар қозбаған қалыпты күйде болады. Олар сыртқы стандартты сәулелену көзінен шам жалыны арқылы өтетін өздік сәулеленуді жұту қабілетіне ие. Мысалы, анықталатын элемент металынан жасалған катодқа толы шамдар. Осының нәтижесінде атомның оптикалық электроны энергетикалық деңгейі жоғарғысына өтеді, ал жалын арқылы өтетін сәулелену әлсірейді. Талдау кезінде жалыннан қарсылықсыз және талданылатын ерітіндіні оған себуден кейін өткен жарық сәулеленуінің жұтылуын өлшейді.

Мұнда әдетте D оптикалық тығыздықты қолданады, ол келесі қатынасты өткізумен байланысты: $D = -\lg T = \lg \frac{I_0}{I} = k l C$, мұндағы, k – жұтылатын заттың сәуле табиғатына және сәулелену толқын ұзындығына тәуелді бір атомға

келетін сәуленің жұтылу коэффициенті; I – атомның жұтушы қабатының қалыңдығы; C – жұтушылатын атомның концентрациясы;

T – өткізу немесе мөлдірлік;

I – атомның жұтушы қабаты арқылы өткен сәулелену интенсивтілігі;

I_0 – түсетін резонанстық сәулелену интенсивтілігі.

D және T шамалары заттың табиғатынан оның ерітіндіні концентрациясы мен таңдалған сәулелену толқын ұзындығынан тәуелді әртүрлі заттардың құрамын жұтылу спектрлі бойынша анықтау үшін бірінші немесе екінші сәулелік сұлба бойынша жұмыс істейтін спектрофотометрлер құрастырылған.

Атомды – флуоресцентті талдау үлгіні атомизаторда буландырады. (жалынды, графитті трубкада, жоғары жиілікті және орташа жиілікті разряд плазмасында). Үлгінің атомды буын, зерттелінетін элементті резонанстық сәулеленумен сәулелендіру, оның флуоресценциясын тіркейді.

3.2 Молекулалық спектрлік талдау

Молекулалық спектр. Электронды, тербелмелі, айналмалы ауысу. Сапалық және сандық МСТ. Бугер-Ламберт-Бер заңы. ИҚ және КШ спектроскопияның тербелмелі әдісі. Спектроскопияның УК электронды әдісі. Берілген энергетикалық деңгейлер арасында электронның ауысуы кезінде белгілі квант сәулесінің жұтылу немесе шығуы уақытында спектрлер пайда болады.

Заттың электромагниттік сәуле жұтылу, шығару және шашырауы нәтижесінде сәуленің спектрлі құрамын *молекулалық спектроскопия* зерттейді. Барлық жағдайда молекулалық спектр молекуланың әр түрлі энергетикалық күйлерінің арасындағы кванттық ауысуының нәтижесінде және олардың құрылысы туралы деректер құрамына кіреді.

Заттың молекуласы жарықты жұтқан кезде үш түрлі қозу немесе өтуде қатысады, яғни олар – *электронды, тербелмелі және айналмалы*. Егер молекуланың ішіндегі байланысты (байланыссыз) электрон сәулелену әсерінен негізгі күйден энергиясы жоғары бос молекулалық орбитальға өтсе, онда молекуланың электронды күйінің өзгеруімен сипатталады. Электронды ауысуға жоғары энергия және жиілігіне (209-627 кДж/моль) сәйкес болуы керек. Мұндай электронның қозуы үшін спектрдің көрінетін және ультракүлгін бөлігінде сәулелену болуы керек.

Химиялық байланысты құрайтын атомдар тепе-тең орында тұрған белгілі бір бағытта, жиілігі және амплитудасы ядроның ығысуымен анықталынатын үздіксіз тербелмелі қозғалыста орналасады.

Электромагниттік сәуленің барлық спектрі ұзын радиотолқыннан қатты ү-сәулеленуге дейін кең диапазонды жиілік аумағын алады. Молекулалық спектроскопия оның кішкентай бөлігін ғана алып жатыр. Спектрдің қандай аумағында орналасқанына байланысты оны ультракүлгін, инфрақызыл (ИҚ), көрінетін немесе микротолқынды деп атайды. Алғашқы үш аумақта орналасқан спектрді оптикалық деп атайды. Оларды жалпы және эксперименталды әдістердің алынуы арқылы байланыстырады

Сыртқы сәулелену көзінің электромагниттік тербеліс және молекулалар ішінде атомдардың тербелмелі қозғалыс жиіліктері сәйкес келсе, онда энергияның резонанстық жұтылуы байқалады. Нәтижесінде молекула төменгі (негізгі) тербелмелі деңгейден қандай да бір қозу деңгейіне өтеді. Тербелмелі ауысуға электрондыққа қарағанда аз энергия мен жиілік сәйкес келеді, сондықтан молекуланы тербелмелі қозған күйден өткізу үшін ұзын толқынды, инфрақызыл спектр аумағында сәулелендіру керек.

Молекулалар тербелістен басқа айналмалы қозғалысқа да қатысуы мүмкін (әрине, қатты денелерде және сұйықта айналмалы қозғалыс тежеледі және діріл түрінде беріледі, яғни маятниктік қозғалыс). Айналмалы қозғалыс жұтылу кезінде аз энергиясы болады, ол тербелмелі ауысуға ұқсас спектрдің микротолқынды және радио жиіліктік аумағында таза күйінде байқалады.

Электронды ауысуға тербеліс пен айналмалы ауысу аралас жүреді, ал тербелмеліде – айналмалы ауысу. Сондықтан электронды спектрде құрылымы жұқа тербелмелі – айналмалы болады, ал тербелмеліде – айналмалы.

Спектроскопияның комбинациялық шашырауы (КШ) ИҚ-спектроскопия сияқты тербелмелі және айналмалы ауысумен жұмыс істейді. Бірақ КШ спектрінің табиғаты басқа. Классикалық тұрғыдан қарағанда жарықтың шашырауы индуктивтілігінен айнымалы электр ағынының электромагниттік толқыны затқа түскен кездегі молекулалық дипольдің тербелісінен шығарады.

Егер поляризацияланған молекуланың өзгерісімен сипатталса, таңдау ережесіне бағынатын болса, онда КШ-спектрінде тербеліс айқын көрінеді. Олай болса, ИҚ-спектрінің жұтылуының шығуы молекуланың тербеліс кезінде өзіндік диполь моментінің өзгерісіне байланысты болады.

КШ әдісінің мәні болып үлгіні монохроматты жарықпен жарқырату саналады.

Түзу бұрышпен түсетін жарыққа шашыраған сәулені спектрографқа енгізеді және шыққан КШ спектрін зерттейді. Шашыраған сәуленің екі түрлі табиғаты болады, жиілігі және энергиясы $h\nu_0$ болатын түскен жарық кванты үлгінің молекулаларымен араласып, өзгермей шашырауы мүмкін (релей шашырауы), ал басқалары сондағы ауысуды қоздырады (молекулалар қозған күйге өтеді). Олай болса, негізгіден ν_0 бірінші қозған ν_1 тербелмелі күйге өткенде қозуға керекті энергия, яғни екіатомды молекуланың $\Delta E_{0,1}=h\nu_{\nu}$ тең болады.

Нәтижесінде молекуланың түскен жарық квантымен араласуынан спектрде стокс түзуіне сәйкес шашыраған жарықтың жиілігі $\nu_0+\nu_{\nu}$ болады. Басқа жағынан қарағанда қозған молекуланың түскен жарық квантымен $h\nu_0$ араласуы негізгі күйге өткен кезде фотонмен жарқырайтын энергиясы $h(\nu_0+\nu_{\nu})$ тең болатын өзінің бір бөлік энергиясын береді. Жиілігі $(\nu_0+\nu_{\nu})$ болатын жарық шашырауына КШ-спектріндегі антистокс түзуі жауап береді.

Төмен энергиясы бар алыс инфрақызыл және микротолқын аумақтарда молекула ішінде айналмалы ауысуды көрсетеді. Микротолқындыспектроскопияның инфрақызылдан айырмашылығы жоғары дәлдікпен жиіліктерді өлшей алатындығында. Алыс инфрақызыл аумақ және микротолқынды жиілік аймағы 10^{-3} - 10^2 см⁻¹ аумағын алып жатыр. Молекула

құрамының электрлік және геометриясын зерттеу үшін кең спектралды интервал мен жоғарғы дәрежесі жеткілікті.

Тек қана айналмалы ауысуда қолданудың кемшілігі газ тәрізді күйде орналасқан заттардың спектрін алу саналады. Соған орай зерттелінетін молекулалар негізгі күйде тұрақты диполь моменті болуы тиіс. Негізгі тербелмелі спектрді (немесе тербелмелі - айналмалы) тіркеу мен талдау болып саналатын инфрақызыл спектроскопияның жұтылатын және шағылатын молекулалар спектрін зерттеу ең басты мақсаты. Тербелмелі және айналмалы спектрлерді зерттеу кезінде абсорбционды спектроскопия әдісі қолданылады.

Үлкен аймақта өзгертін температура мен қысым, көрінетін спектроскопияның аймағында боялған мөлдір емес және әр түрлі агрегаттық күйде орналасып зерттелінетін заттың аз ғана көлемі жұтылатын спектрді алуға керек. Физика-химиялық зерттеудің барысында мұндай әр түрлілік шарт абсорбционды ИҚ - спектроскопияның маңызы зор екенін көрсетеді.

Әр түрлі инфрақызыл спектрометр көмегімен жұтылатын ИҚ-спектрді өлшеуге болады. Үздіксіз спектрі бар көзден шыққан сәуле зерттелінетін заттың кюветасы мен екі сәулелі құрал ішіндегі салыстырмалы ой еріткішінен өтеді де, монохроматодың кіретін тесігіне бағытталады. Жарық спектріне айналған монохроматордың дифракциялық торынан призма немесе шағылу арқылы өткеннен кейін λ арқылы сканерленіп, шығатын тесіктен сәулелену қабылдағышына түседі. Мұнда ол қабылданған оптикалық сигналды электрлікке ауыстырады және оны күшейткіш пен өлшенетін құралға жібереді. Екі сәулелену спектрометрде көмекші құрылғы көзделген (синхронды детектор, қуатты күшейткіш және түрлендіргіш, өзіндік жазу мен реттейтін механизм), ол ойдан шығатын жарық ағынын қозғалатын фотометрлік клин көмегімен реттейтін және спектр жазуын автоматтандырады. Жұтылатын спектр ерітіндісін жазу үшін екі сәулелі

ИҚ-спектрометрді қолданады, осыған байланысты жұтылатын ерітіндіде автоматты түрде жұтатын еріткіш шығарылады.

ИҚ - спектрометр монохроматорында айналы оптикасы болады (параболалық пен сфералық айна). Эшелетта деп аталатын құрылғы призма және дифракциялық тор болып саналады. $10^{-6} - 10^{-4}$ м толқын ұзындығы аймағында әр түрлі материалдан жасалған призма, ал алыс инфрақызыл аймақта (10^{-4} - 10^{-3} м) дифракциялық тор қолданылады.

ИҚ-спектроскопия көмегімен талданатын газ тәріздес заттар жұтылуы ұзын жолда болатын арнайы ойды талап етеді. Призма жасалған материал немесе AgCl, CaF₂, BaF₂ материалдарынан жасалған ой ішінде сұйықтықты зерттейді.

Қатты денелердің жұтылған спектрін жазу үшін арнайы дайындалған әдісті талап етеді. Олардың біреуі, жіңішкелінген үлгіні парафин майымен аралас-тырады, хлор натриясы немесе басқа оптикалық материалдан жасалған пластиналар арасына жұқа қабатты түрде пастаны қояды. Басқа жиі кездесетін әдіс – бұл сілтілі металл галогенидін үлгінің бөлігімен араластыру оны көрінетін жіңішке диск шықанға дейін зерттейді.

Бугер – Ламберт –Бер заңына негізделген ерітіндідегі ИҚ – сәу-ле компоненттерін жұтқандағы оның құрамын сандық анықтау үшін ИҚ-спектрофотометрия қолданылады. ИҚ-спектроскопиясы жиі қолданатын аймағы қосылыстың идентификациясы мен молекулалық құрамын зерттейді.

Негізгі энергетикалық деңгейден қоздырылған деңгейге жұтқыш зат молекулаалрдын бірлік уақыт мезетінде ауысу санымен анықталадтын жұту жолақтар қарқындылығын анықтауында жұту спектрлердің фотометриялық талдау әдісі негізделген.

Қарқындылықты өлшеуі түскен сәулеленудің энергияның жұтқан бөлігінің қарқындылығына өлшеуіне келтірілге, яғни спектрофотометриялық талдау Бугер заң негізінде анықталады. $\tau = \frac{J_L}{J_0}$ катынасы жіберу *коэффициенті*

$$J_L = J_0 \exp(-k_1 cL) \quad \text{или} \quad J_L = J_0 \cdot 10^{-k_1' L}$$

деп аталады.

Заттын *оптикалық тығыздығы* дегеніміз Ламберттпен біріктірілген заңынан аламыз

$$D = \lg \frac{1}{\tau} = \lg \frac{J_0}{J}$$

$$D = k_1' cL$$

Егер ерітіндінің концентрациясын моль/ литр өлшем бірліксек, онда натурал жұту корсеткішінің / зат концентрациясына қатынасы *жұтылудың молярлықкоэффициентті* деп аталады *және* ε әрпімен белгіленеді. Бұл жағдайда Бугер—Ламберт— Бер заңы келесі түрде жазылады:

$$D = \varepsilon cL$$

Жұтылудын молярлық коэффициенті сан жағынан молярлық концентрациясы 1 моль/л және жұтқыш заттын қалыңдығы 1 см ерітіндінің оптикалық тығыздығына тең.

Заттын жұтылу спектрлері арқылы сандық анықтауы тек қана зерттелетін зат Бугер-Ламбер-Бер заңның талаптарына қанағаттандырылатын жағдайда ғана қолданылады: яғни а) жұтқыш молекулалар үлгінің барлық көлемі бойымен біркелкі таралған кезде ғана; б) жұтқыш молекулалар зеттеу концентрациялар шектерінде бір-бірімен және ота молекулалар мен өзараәсерлесу сипатын өзгерпейді; в)үлгі арқылы өту кезінде жарық ағыны фотондарды жұту есебінен тек қана әлсірейді; г)өлшенетін жарық ағыны жұтқыш молекулалардын фотохимиялық өзгерістерін туғыза алмайды.

Қондырғының негізгі элементтері мен бөлшектері

Ең біріншіден, фпектрофотометр СФ-26 құрамында маңызды бөлігі Монохроматор деп аталады, монохроматордың оптикалық сұлбасы— автоколлимационды. Сәулелену 1жарық көзден немесе1 айналық конденсор

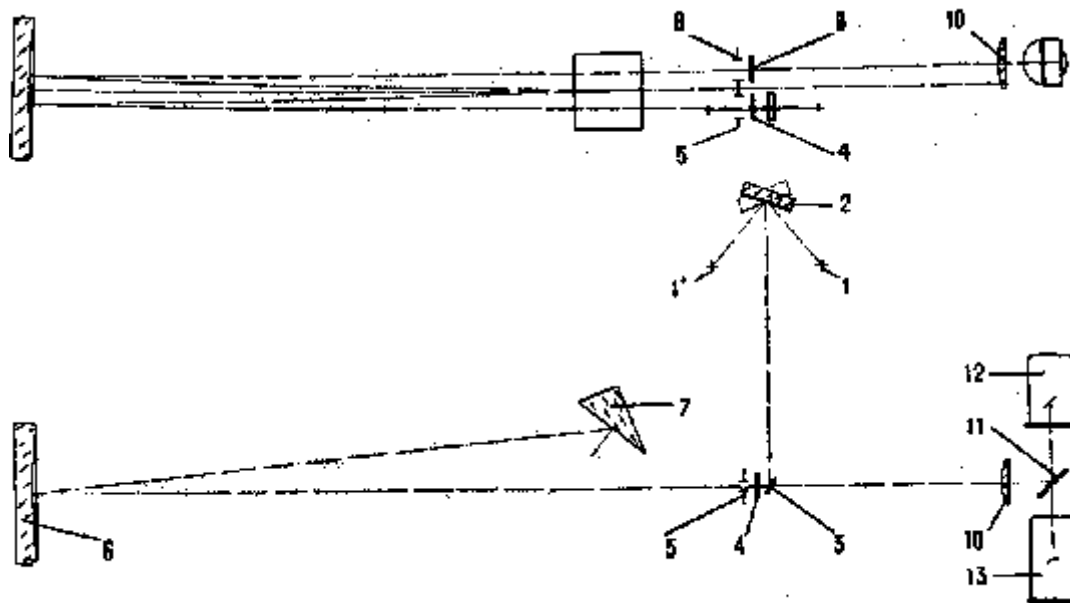


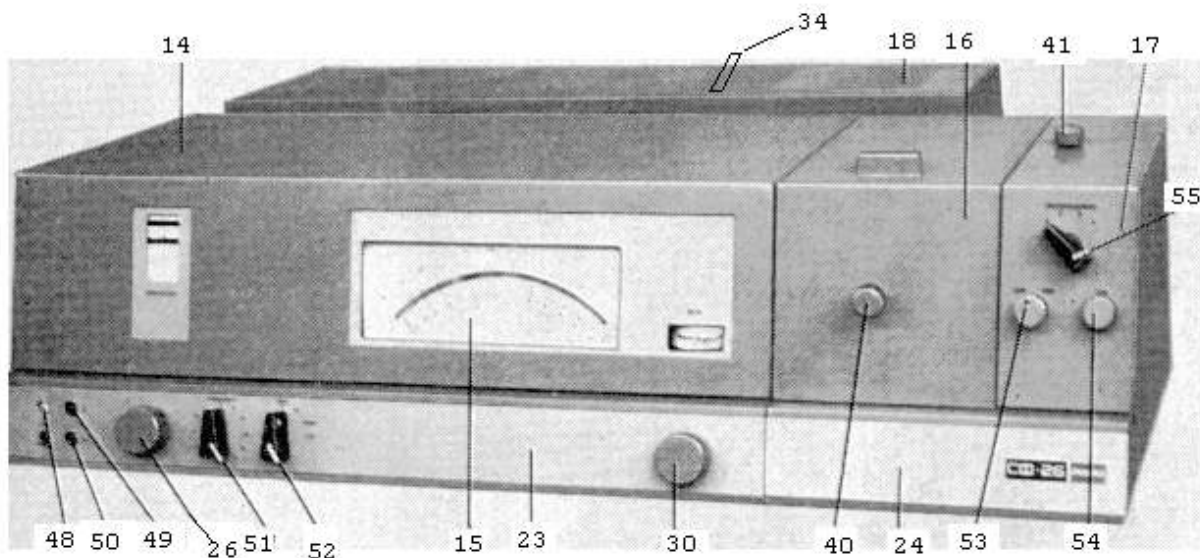
Рис. 1

бетіне түседі 2, ол жарық сәуле ағынын жазық бұрылатын айна бетіне бағыттайды 3 және сәулеленудің кіріс 5 саңылау маңында 4 линза жазықтығында кескінді береді. Кіріс саңылау арқылы өткен сәулелену Кіріс саңылау арқылы өткен сәулелену айналық объективке 6 түседі және, шағылып параллель шоғымен 7 призмаға бағытталады. Призманы ең аз ауытқу бұрышына жақын бұрыш жасай өтіп және алюминийленген қырнан шағылып, диспергирленген шок қайтадан объективке кері бағытталады және шығу 8 саңылауда фокусталады. Призманы бұру кезінде толқын ұзындықтары әр түрлі монохромат сәулелену 8 –кіріс саңылау, 9 линза арқылы өтіп бақылау немесе өлшеуіш үлгі 10 линза дан бұрылу 11 айна арқылы 12 немесе 13 фотоэлементтің қабаттардың біреуінің жарықсезгіш қабатында жиналады.

Объектив өз өзімен фокус ара қашықтығы 50 мм сфералық айна ұсынады.

Диспергирлеу призманың сындыру бұрышы 30° , негізі 30 мм және эффективті диаметрі 44 мм.

20 суретте спектрофотометр СФ-26 марканың сыртқы түрі келтірілген. Онда спектрофотометрдің негізгі бөліктері келтірілген.



Сурет 20 –Спектрофотометр

Өлшеулер электрлік автокомпенсация әдісі бойынша жасалады

Монохроматты ағынына сәулелену рет-ретімен кезек-кезегі мен бақылау және өлшеуіш үлгілер еңгізіледі. Бақылау үлгіні ендіру кезінде өлшеуіш прибордың тілшесі саңылауды реттеудің 100% бөлігінде орнатылады. Ағынға өлшеуіш үлгіні ендіру кезінде өлшеуіш прибордың тілшесі ағын өзгерісіне пропорционал ауытқиды, өткізу коэффициенті шамасы шкала бойынша есептелінеді, шкаласы оптикалық тығыздықтың пайыздық өлшемділігі мен реттелген.

Жұмысты орындау бойынша әдістемелік нұсқаулары:

1. Жұмыс алдында бір сағат бойы қыздырылу үшін спектрофотометрді қосыңыз.
2. 26 қол сабын толқын ұзындықтары артту бағытта бұра отырып қажетті толқын ұзындығын бекітіңіз. Егер бұл кезде шкаласы үлкен бұрышқа брылатын болса, онда оны кері 3-5 нм ге қайтарып бұрыңыз, және қайтадан қажетті бөлігіне келтіріңіз.
3. 55 қол сабын «I» (рабочее положение) қалпына келтіріңіз. Егер сәулелену ағыны жеткілікті емес болса және өлшенетін жән бақыланатын үлгілер маңызды сәулеленуді жұтатын болса, қолсабын «2», «3» немесе «4» келтіріңіз.
4. Фотоэлементті ажыратып қосуы 41 қолсабы арқылы жүргізіледі 41 (см рис 2) Егер қолсабы «Ф» қалпында болатын болса, онда сұлбаға сурьманды-цезийлі фотоэлемент қосылған болады, ал егер «К» қалпына келтірілген болса, онда сұлбаға оттегі-цезийлі фотоэлемент қосылған болады. 185-600 аймақтан 600-1100 аймаққа қарай айысу кезінде сурьманды-цезийлі фотоэлементті оттегі-цезийлі фотоэлементіне ауыстыру керек.
5. Спектрофотометрде тұтас спектрдің екі көзі- дейтерийлі лампалары қолданылады. 186 ден 350 нм ге дейінгі аралығында және 340 ден 1100 нм-ге дейін аймағындағы ыстық лампасы қосылады. Сәулелену көздердің ауыстыруы 340 ден 350 нм ге дейінгі диапазонында айналық конденсордың 34 қолсабы

орауында ажырату/қосу арқылы іске қосылады.Сигнал беруші лампа 49 (Д) дейтерийлі лампа қосылуын көрсетеді, сигналды лампа 50 {Н) –қыздыру лампа қосылуын көрсетеді.

6. Кюветалы бөліміді ашу кезінде 53 қолсабын «закр» қалпына келтіру керек. Өлшеулерді жүргізу кезінде - «откр».

2. Өткізу/жіберу коэффициентін өлшеу (оптикалық тығыздығын).

1. Сәулеленудің ағын жолында бақылау үлгісін 40 кареткасын ауыстыра отырып қойындар.Салыстыру үлгінің жоқ болған жағдайында, сүзбелерді ұстап тұрған ұстатқыштын еркін әйнегінен өту кезінде жіберу 100% тең деп қабылдана алады.

2. Қолсабты 52 «x1» қалпына келтіріндер.

3. Өлшеуіш прибор тілшесін 54 НУЛЬ нуль көрсеткішіне келтіріп қойындар.

4. Фотоэлементті шторка (перде) 53 қол сабымен ОТКР қалпына келтіріндер.

5. Өлшеуіш прибордың тілшесін «100%» бөлігіне келтіріндер, ол үшін саңылау енін өзгертуші 30 қолсабын бұраймыз.

6. Өлшенетін үлгіні 40 қолсабтын кареткасын ауыстыра отырып, шкала бойынша жіберу Т мәнін өлшеп алындар(немесе оптикалық тығыздық шкаласы бойынша D).

7. Сәулеленудің ағынынан өлшеуіш үлгісін шығарып тастап бақылау үлгісін еңгізіндер, бұл кезде өлшеуіш прибордың тілшесі «100%» бөліміне ауысуы қажет.

Жұмыстың орындау тәртібі.

Тапсырма 1.Боялған заттың жұтылу спектрі

Приготавливают 0,1M ерітіндісін $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 0,05 н. H_2SO_4 ,дайындап алады да, спектрофотометра СФ-26 көмегімен ерітіндінің жұту спектрін өлшейді. Өлшеулер кезінде ұзындығы 1 см кюветаны пайдаланады.

Тәжірибе берілгенін кестеге еңгізеді:

Толқын ұзындығы, нм	Ерітін оптикалық тығыздығы, D	Ерітіндінің жіберуі, T	Жұтудың моляр.коэф-тіе

Алынған нәтижелер кестесінен жұту қисық сызығын, жіберу/өткізу қисығын сызып, ерітіндінің бояын түсіндіреді.

Есепті шығарған соң басқа да боятылған қосылыстар ерітінділерін қолдануға болады.

Тапсырма 2. Бугер — Беер заңын тексеру

Ерітінділердің CuSO_4 в 0,05 и. H_2SO_4 , (0,1; 0,05; 0,025; 0,0125 и 0,00625M) сериясын дайындайды.Дайындалған ерітінділердің барлық үшін бір толқын ұзындығында, жұтылудың максимумына сәйкес келетін оптикалық тығыздығын өлшейді. Өлшеулер үшін ұзындығы 1 см кюветаны қолданады.

Оптикалық тығыздықтың әр бір мәнінен жұтылудың молярлық коэффициентін есептеп алады.Нәтижелерін кестеге еңгізеді:

Кювета ұзындығыТолқын ұзындығы

Ерітінді концентрациясы, с	Оптикалық тығыздығы, D	Жұтылудың молярлық коэффициенті, ε

Ерітіндінің концентрациясының C оптикалық D тығыздығына тәуелдігін зерттеп, жұмыстың екінші бөлігіне ауысамыз:

Бір кейбір концентрациясы болатын ерітіндінің кюветалардың әр түрлі ұзындықтарын пайдалана отырып оптикалық тығыздығын өлшеміз. Жұтудың молярлық коэффициентін өлшеудің әр бір нәтижесі бойынша молярлық коэффициентін есептейміз.

Алынған нәтижелерді кестеге енгіземіз:

Ерітінді концентрациясы . . . Толқын ұзындығы . . .

Кювета ұзындығы l , см	Оптикалық тығыздық, D	Жұтылудың молярлық коэффициенті, ε

Екі кестенің берілгендерін алып $D = f(c)$ және $D = f(l)$ графиктерін сызып аламыз. Графиктерден жұтылудың молярлық коэффициентін сан мәнін табамыз.

Эксперимент негізінде Бугер-Беер заңы орындалатындығы туралы қорытындысын жасап аламыз.

Бақылау сұрақтары мен тапсырмалар

1. Спектрофотометрия әдістiн мағынасы неде?
2. Жұтылу коэффициенті дегеніміз не?
3. Жұтылу коэффициенті неге тәуелді?
4. Спектрофотометрдің жұмыс жасау принципі мен құрылысын түсіндіріп беріңіз.
5. Спектрофотометрлік талдау не үшін медицина мен биологияда, басқа техника мен ғылымның саласында қолданылады?
6. Бугер-Ламберт-Беер заңын жазып беріңіз.
7. Ерітіндінің оптикалық тығыздығының оның концентрациясына және жарықтың толқын ұзындығына тәуелдік графиктерін сызып түсіндіріңіз

Тақырып 10 Сыну көрсеткіші арқылы ерітіндінің концентрациясын анықтау.

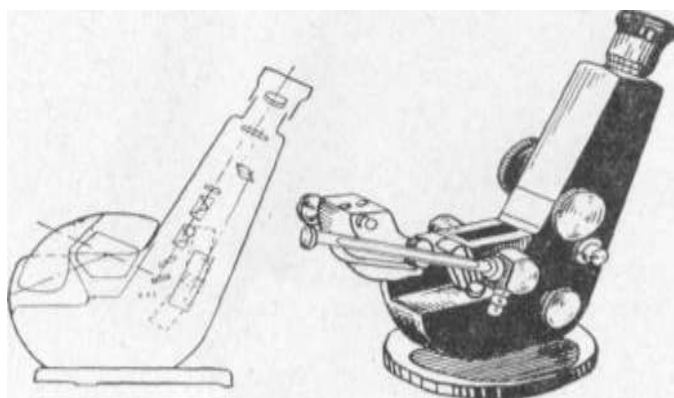
Сабақтың мақсаты: рефрактометрлік өлшеулерді қолдана отырып, қант ерітіндісінің концентрациясын анықтау

Құрал-жабдықтар: көлемі 100мл тегіс түбті дөңгелек колбалар, термометр, химиялық стакандар, таразы, шыны таяқшалар, су моншасы, рефрактометр.

Реактивтер: қанттың стандартты және зерттелетін ерітінділер, су.

Жұмыс барысы:

Жұмысты бастамас бұрын біріншіден рефрактометрмен 21 суреттегі жұмыс істеу ережелерімен танысу қажет.



Сурет 21- Рефрактомердің құрылысы

Жұмыстың 1-ші сатысында он мойыны ұзын дөңгелек 100мл-лік колбаларға 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9% және 10%-тік қант ерітінділерін дайындайды. Рефрактометрді қолдана отырып, дайындаған қант ерітінділерінің сыну көрсеткіштерін өлшейді. Өлшеудің алдында су моншасы арқылы ерітінділердің температураларын дәл 20°C-қа келтіреді.

Келесі кезекте ерітінділердің концентрациялары мен олардың сыну көрсеткіштері арасындағы калибрлік графигін миллиметрлік қағазға сызыңыз (абсцисса осында ерітіндінің проценттік концентрациясын $C_{\text{кант}}\%$, ордината осында сыну көрсеткіштерінің n_D мәндерін көрсетеді).

Жұмыстың 2-ші сатысында оқытушыдан концентрациясы белгісіз қант ерітіндісі бар колбаны алып, рефрактометр арқылы ерітіндінің сыну көрсеткіші мен концентрациясын анықтаңыз. Алған нәтижелерін калибрлік графикпен салыстырып сыну көрсеткіші бойынша концентрацияның шамасын графикалық экстраполяция арқылы анықтаңыз.

Барлық нәтижелерді келесі кестеде көрсетіңіз:

$C_{\text{кант}}\%$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	?
$C_{\text{анық}}\%$											
n_D											

Рефрактометрмен жұмыс істеу ережелері:

1. Біріншіден рефрактометрдің призмаларын фильтр қағаз немесе жұмсақ мата арқылы ақырын сүртеді.
2. Жұмыстың басында рефрактометрдің шкаласын стандартты ерітінді (дистелденген су) арқылы тексереді. Рефрактометр судың проценттік концентрациясын $C_{H_2O} = 0\%$, ал сыну көрсеткішін $n_0=1,333$ көрсету қажет.
3. Рефрактометрдің сол жағындағы окуляр үстінгі экрандағы қаранғы және жарық аймақтардың аралық шекарасының анықтығын келтіреді.
4. Рефрактометрдің оң жағындағы тумблер төменгі экрандағы сыну көрсеткішінің шкаласын реттейді.
5. Призмалардың астында күн жарығын түсіретін айна орналасқан, оны ашып қою қажет.
6. Рефрактометрдің үстінгі және астыңғы призмалары бар, астыңғы призма өлшеуіш болып табылады. Зерттелетін ерітіндінің сынасы шыны таяқша арқылы өлшеуіш призманың қаранғы аймағына тамызылады. Содан сон айнаны ашады.

Электролит ерітінділері

Электролиттер дегеніміз балқымалары мен ерітінділері электр тоғын өткізетін, иондық электрооткізгіштікке ие болатын заттар. Электролиттерді ионогендік және ионофорлық деп екіге бөледі. Ионогендік электролиттер таза күйінде диссоциацияланбаған молекулалардан тұрады (мысалы, CH_3COOH , HCl). Ионофорлық электролиттер ерімегеннің өзінде де олардың құрамында иондар болады. Оларға көптеген тұздар жатады.

Электролиттердің қасиеттерін электролиттік диссоциациялану теориясы (ЭДТ) түсіндіреді, оның негізін С.Аррениус қалады (1887ж.). *Электролиттік диссоциация* – еріткіш әсерінен электролит молекуласының иондарға ыдырауы. Кәзіргі кездегі түсініктер бойынша ерген заттың молекулалары еріткіш молекулаларымен әрекеттеседі. Еріткіш молекулалары заттың кристалдық торын бұзып, иондарын қоршап – сольватталған (гидратталған) иондар түзеді. Диссоциацияның негізгі себебі – иондардың гидратациясы. Электролиттік диссоциациялану кезінде еріткіштің маңызы өте зор.

Сандық жағынан электролиттік диссоциациялану процесін диссоциациялану дәрежесімен (α) сипаттауға болады. Диссоциациялану дәрежесі бойынша электролиттерді *күшті* және *әлсіз* деп бөледі.

Күшті электролиттер теориясы (Дебай, Хюккель) бойынша күшті электролиттер ерітіндіде толық диссоциацияланғандықтан иондар концентрациясы жоғары болады. Әр аттас иондар арасында электростатикалық тартылыс күштері туады. Нәтижесінде әр ион қарама-қарсы зарядты ионмен «иондық атмосфера» құрып қоршалады. Бұл иондардың қозғалғыштығын тежейді. Соның салдарынан иондардың активтігі төмендейді. Реакцияға түскенде, олардың концентрациясы нақты концентрациясынан кем болып көрінеді. Осы құбылысты түсіндіру үшін «*активтілік*» деген ұғым енгізілген. Химиялық реакцияға түсетін концентрацияға сәйкес концентрацияны *ионның активтілігі* деп атайды: $a = f \cdot c$
 a – ионның активтілігі, моль/л; f – активтілік коэффициенті;

c – мольдік концентрация, моль/л

Активтілік коэффициенті f ерітіндінің иондық күшіне байланысты. Ерітіндінің иондық күші ондағы барлық иондардың мольдік концентрациясы мен олардың зарядтарының квадратының көбейтіндісінің жартылай қосындысына тең:

$$I = \frac{1}{2} \sum C_i \cdot Z_i^2$$

I - ерітіндінің иондық күші

C_i – i -ионның мольдік концентрация

Z_i – i -ионның заряды

Электролит ерітінділеріне Вант-Гофф және Рауль заңдарын қолдану үшін ерітінділердің қасиеттерінің концентрацияға тәуелділігін сипаттайтын теңдеулерге қосымша түзету коэффициенті енгізіледі. Ол i деп белгіленіп Вант-Гофф коэффициенті не изотоникалық коэффициенті деп аталады. Бұл коэффициент электролит ерітіндісіндегі кинетикалық активті бөлшектердің концентрациясы электролит емес, еріген молекулалар санынан неше есе артық

екендігін көрсетеді:
$$i = \frac{C_{\text{эл}}}{C_{\text{бейэл}}} = \frac{\pi_{\text{эл}}}{\pi_{\text{бейэл}}} = \frac{\Delta t_{\text{катуэл}}}{\Delta t_{\text{катубейэл}}} = \frac{\Delta t_{\text{кайнэл}}}{\Delta t_{\text{кайнбейэл}}} = \frac{\Delta P_{\text{эл}}}{\Delta P_{\text{бейэл}}}$$

Электролит ерітінділерінің электр тоғын өткізу қабілеті ондағы иондардың қозғалғыштығына байланысты болады. Заттың электр тоғын өткізу мүмкіндігі электрөткізгіштікпен немесе оған кері шама кедергімен сипатталады. Электролит ерітіндісінің электрөткізгіштігі ерітіндінің көлденең қимасынан бірлік уақытта өткен иондардың мөлшерімен анықталады. Ал ол болса, бірлік көлемдегі ерітіндінің иондарына, олардың қозғалу жылдамдығына, зарядтарына және ерітіндінің температурасына байланысты болады. Ерітіндіні сұйылта бастаған кезде, иондар саны көбейеді де, ерітіндінің меншікті электрөткізгіштігі артады. Одан әрі сұйылту бірлік көлемдегі иондардың абсолюттік санын азайтатындықтан, меншікті электрөткізгіштіктің мәні төмендейді.

Электролиттің меншікті электрөткізгіштігі қалыңдығы 1 см, көлденең қимасының ауданы 1 см², потенциал градиенті 1 в/см ерітіндінің бойынан өткен токқа тең: $\chi = \frac{I}{E} \cdot \frac{l}{s}$, мұндағы χ – электролиттің меншікті электрөткізгіштігі, I – ток күші, E – кернеу.

Одан әрі сұйылту бірлік көлемдегі иондардың абсолюттік санын азайтатындықтан, меншікті электрөткізгіштіктің мәні төмендейді. Әр түрлі электролиттердің иондарының электр өрісінде қозғалуы (жылжуы) да әр түрлі болады. Потенциал градиенті 1в/см болғандағы иондардың жылжу жылдамдықтары абсолюттік жылдамдық (V^0) деп аталады. Иондардың қозғалу жылдамдықтарының аз болуын олардың ерітіндіде сольваттануымен және ортаның кедергісімен түсіндіруге болады.

Катиондар (V_{Kat}^0) мен аниондардың (V_{An}^0) жылжу жылдамдықтары жалпы алғанда бірдей емес, сондықтан олардың таситын электр мөлшері де әр түрлі болады. Электрдің әртүрлі иондарының таситын мөлшерін иондардың

тасымалдау саны деп атап, катиондар үшін t^+ , ал аниондар үшін t^- деп белгілейді: $t^+ = \frac{V^+}{V^+ + V^-}$ және $t^- = \frac{V^-}{V^+ + V^-}$

Эквиваленттік электрөткізгіштік (λ_v) деп әрқайсысы 1 см² электродтардың арақашықтығы 1 см болғанда, сол аралықтағы көлемі ($V\text{см}^3$) ерітіндінің электрөткізгіштігін айтады.

Кольрауш заңы бойынша шексіз сұйылтқан ерітіндінің эквиваленттік электрөткізгіштіктің (λ_∞) катиондары мен аниондарының (λ^+ және λ^-) қозғалуынан болатын иондық өткізгіштіктердің қосындысынан тұрады:

$$\lambda_\infty = \lambda^+ + \lambda^-$$

Қарастырған иондардың электрөткізгіштіктерін кейде иондардың қозғалғыштығы деп атайды. Ал иондардың қозғалғыштығы иондардың абсолюттік жылдамдығын электрөткізгіштіктің бірлігімен өрнектеген шамаға тең, яғни:

$$\lambda^+ = F \cdot V^+ \text{ және } \lambda^- = F \cdot V^-$$

мұндағы F – Фарадей саны, ендеше: $\lambda_\infty = F \cdot (V^+ + V^-)$

Әлсіз электролиттер үшін эквиваленттік электрөткізгіштіктің және шексіз сұйылтқандағы эквиваленттік электрөткізгіштіктің қатынасы диссоциациялану дәрежесіне (α), ал күшті электролиттер үшін бұл қатынас электроөткізгіштік коэффициентке (f) тең:

$$\alpha = \frac{\lambda_v}{\lambda_\infty} \quad \text{және} \quad f = \frac{\lambda_v}{\lambda_\infty}$$

Тақырып бойынша бақылау сұрақтары

1. Электролиттердің қасиеттерін сипаттаңыз. I және II текті өткізгіштіктерді атаңыз. Диссоциациялану дәрежесі және константасы дегеніміз не? Олар қандай шамаларға тәуелді?
2. Электролит заңдарына Вант-Гофф және Рауль заңдарын қалай қолдануға болады? Вант-Гоффтың коэффициентінің физикалық мағынасы қандай?
3. Тұзбен араластырып, мұздың температурасының төмендеу себептерін түсіндіріңіз.
4. Ерген заттың молекулалық массасын, ерітіндінің осмос қысымын және электролиттік диссоциациялану дәрежесін анықтауындағы криоскопиялық әдістің мағынасы түсіндіріңіз.
5. Электролиттың меншікті және эквиваленттік электрөткізгіштік дегеніміз не? Иондардың жылжуының абсолюттік жылдамдығы және тасымалдау саны дегеніміз не? Кольрауш заңын сипаттаңыз.
6. Эквиваленттік электрөткізгіштіктің және шексіз сұйылтудың эквиваленттік электрөткізгіштіктің қатынасының мағынасы.

Титриметриялық талдау

Титриметриялық (көлемдік) анализ химиялық реакцияға кіріскен заттардың ерітінділерінің көлемдерін тікелей өлшеуге негізделген. Бұл әдіс клиникалық және тазалық гигиеналық зертханаларда қанды, асқазан сөлін,

несепті (мочевина), ас тағамдарын, ішетін және қалдық суларын талдауға кеңінен қолданады.

Титриметриялық анализ есептеулері эквиваленттер заңына негізделген:

- 1) Нормальдік концентрациялары өзара тең ерітінділердің әрекеттесетін көлемдері де бірдей болады, яғни $N_1 = N_2 \Rightarrow V_1 = V_2$
- 2) Ерітінділердің нормальдік концентрациялары әртүрлі болса, онда сол ерітінділердің өзара әрекеттесетін көлемдерінің қатынасы олардың нормальдік концентрацияларының қатынасына кері пропорционал болады, яғни $\frac{N_1}{N_2} = \frac{V_2}{V_1} \Rightarrow V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$ сонда $N_2 = \frac{V_1 \cdot N_1}{V_2}$

Титриметриялық анализде нормальдік концентрациялары белгілі болатын ерітінділер қолданады, оларды *титрленген ерітінділер (титранттар)* деп атайды. Титрленген ерітінділерді стандартты және стандартталған деп екіге бөледі:

1) Стандартты (біріншілік немесе даярланған) ерітінділерді заттың нақты өлшендісінен дайындайды. Заттың дәл өлшенген мөлшерінен ерітілген титрленген ерітіндіні **стандартты** деп атайды. Стандартты ерітіндіні дайындау үшін алынатын химиялық затқа келесі талаптар қойылады: а) зат химиялық таза, б) затты сақтағанда және бос күйінде тұрақты, в) заттың құрамы белгілі химиялық формулаға сәйкес болу керек, г) заттың эквиваленттік массасы үлкен болғаны жөн. Мысалы келесі заттардан стандартты ерітінді дайындауға болады: бура ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$), сода (Na_2CO_3), қымыздық қышқылы ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$).

2) Дәл концентрациясы нақты өлшенген мөлшерінен емес, басқа стандартты ерітінді бойынша анықталатын титрант ерітіндісін **стандартталған** (екіншілік немесе анықталған) деп аталады. Мысалы қышқылдар мен сілтілердің ерітінділері стандартталған болып келеді.

3) Кейде анализде титрант ерітінділерін фиксанаалдардан немесе стандарт-титрден дайындайды. **Фиксанаал** дегеніміз көлемі 1л 0,1н немесе 0,01н ерітіндіні дайындауға арналған шыны ампула.

Көптеген химиялық және биохимиялық анализдерді титрлеу жолымен жүзеге асырады. **Титрлеу** дегеніміз анықталатын заттың ерітіндісінің өлшенген көлеміне концентрациясы нақты берілген реагентті тамшылатып құю процессі. Титрлеуді бюретка құралымен жүргізеді. **Бюретка** деп ерітінділерді аз мөлшерде тамшымен құйып алу үшін, жоғары бөлігінде нөлдік белгісі бар, көлемі бойынша градуирленген шыны түтікшілерді айтады.

Ерітіндіде титранттың мөлшері титрленетін заттың мөлшеріне эквиваленттік шамаға дейін жетсе, онда реакция аяқталады. Титриметрияда реакцияның аяқталу кезеңі немесе титрлеудің соңы **эквиваленттік нүкте(ЭН)** деп аталады. Практика жүзінде эквиваленттік нүктені бақылап алуға өте қиын, сондықтан анализді титрлеудің соңғы нүктесінде (ТСН) аяқтайды, себебі $ТСН \approx ЭН$.

Көбісінде титрлеудің эквиваленттік нүктесін титрленетін ерітіндіге қосылған индикатордың бояуының өзгеруімен анықтайды. Сонымен, титрлеудің соңғы нүктесін келесі жолдармен бақылауға болады:

1) Визуалдық тәсілімен:

- Индикатор көмегімен (метилоранж, фенолфталеин, лакмус, крахмал)
- Индикаторсыз жолмен (калий перманганаты, йод ерітіндісі)

2) Физика-химиялық индикациялау тәсілімен (инструменталды жолы) приборлар көмегімен бақылауға болады (электроөткізгіштік, потенциалдар айырмасы).

Титрлеу әдістерін жүргізу жолдарына байланысты 3 топқа жіктеуге болады – тура, кері және орын басу (жанама) титрлеу:

1- тура титрлеуде анықталатын заттың ерітіндісін тікелей стандартты ерітіндісімен титрлейді;

2- кері титрлеу кезінде зерттелетін ерітіндіге бұрынан белгілі концентрациясы нақты, анықталатын заттың эквиваленттік мөлшерімен әрекеттесетін үшінші заттың ерітіндісінің артық мөлшерін қосып, сол ерітіндінің қалған артық мөлшерін стандарт титранттың ерітіндісімен титрлейді;

3-жанама немесе орынбасу титрлеу кезінде анықталатын зат ерітіндісіне арнайы реагенттің артық мөлшері қосылып, нәтижесінде анықталатын заттың эквиваленттік мөлшеріне сәйкес, алынған өнімдерінің біреуін стандарт титранттың ерітіндісімен титрлеп алады.

Титриметриялық анализдің әдістерінің жіктелуі олардың негізінде жататын реакцияларының түріне байланысты болады:

Қышқылдық-негіздік титрлеу әдістің негізінде протонның алмасуымен жүретін, яғни бейтараптану реакциялары жатыр. Бұл әдісте екі титрант ерітінділері қолдану мүмкін, қышқыл не сілті ерітінділері.

Егер зерттелетін заттың мөлшері қышқылдың стандартталған ерітіндісімен титрленіп анықталатын болса, бұл әдіс **ацидиметрия** деп аталады. Ацидиметрия әдісімен сілтілердің (NaOH , KOH , Ba(OH)_2) және гидролиз кезінде сілтілік орта ($\text{pH} > 7$) көрсететін тұздардың (Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) мөлшерлерін және олардың ерітінділерінің концентрацияларын анықтайды.

Егер зерттелетін заттың мөлшері сілтінің стандартталған ерітіндісімен титрленіп анықталатын болса, бұл әдіс **алкалиметрия** деп аталады. Алкалиметрия әдісі арқылы қышқылдардың (HCl , H_2SO_4 , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) және гидролиз кезінде қышқылдық орта ($\text{pH} < 7$) көрсететін тұздардың (NH_4Cl) мөлшерлерін және олардың ерітінділерінің концентрацияларын анықтайды.

Қышқылдық-негіздік титрлеудің эквиваленттік нүктесін индикаторлар көмегімен анықтайды. *Қышқылдық-негіздік индикаторлар* дегеніміз молекулалық және диссоциацияланған түрдегі бояулары әртүрлі болып келетін күрделі органикалық қышқылдар мен негіздер.

Электронның тасымалдануымен жүретін тотығу-тотықсыздану реакцияларына негізделген титриметрия әдісі **редоксиметрия (оксиметрия)** деп

аталады. Бұл әдістер алынған титранттың атауы бойынша жіктеленеді, олардың ішінде маңыздылары:

- 1) титрант $KMnO_4$ – перманганатометрия
- 2) титрант I_2 – йодометрия
- 3) титрант $K_2Cr_2O_7$ – хроматометрия
- 4) титрант Br_2 – бромометрия
- 5) титрант KIO_3 және $KBrO_3$ – йодато- және броматометрия

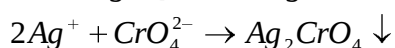
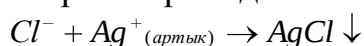
Редоксиметрия әдістерін тура, кері және жанама титрлеу жолдарымен өткізуге болады.

Тотығу-тотықсыздану титрлеу әдістерінде редокс-индикаторлар қолданады. *Редокс-индикаторлар* дегеніміз жүйенің тотығу-тотықсыздану потенциалының шамасына тәуелді өз бояуларын өзгертетін заттар.

Тұндырып титрлеу әдісі анықталатын ионды нашар немесе мүлдем ермейтін қосылыс түрінде тұндыру реакцияларына негізделген. Бұл реакциялар бөлме температурасында тез және қайтымсыз өткен жөн. Реакцияның аяқталу кезеңін не тұнбаның түзілуінің аяқталумен не индикаторлармен анықтайды. Бұл анализдің нәтижесінде күмістің не (I) сынаптың галогендермен не басқа аниондармен нашар еритін қосылыстарды түзу реакциялары қолданады: $AgCl$, $AgBr$, AgI , $AgCNS$, Hg_2Cl_2 , Hg_2Br_2 , Hg_2I_2 , $Hg_2(CNS)_2$. Бұл әдістер аргентометрия және меркурометрия деп аталады.

Тұндырып титрлеу әдістерінің ішінен жиі аргентометрия және меркурометрия, роданидометрия және тиоцианометрия әдістері қолданады.

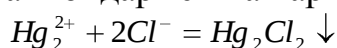
Мор әдісі галидтердің (Cl_2 , I_2 , Br_2) күміс катиондарымен тұнбаға түсетін мүлдем ерімейтін галогенид-тұздарын түзу реакцияларына негізделген. Жұмысшы титрленген ерітіндісі – $AgNO_3$ болып табылады. Титрлеудің аяқталу кезеңін байқау үшін индикатор ретінде – K_2CrO_4 ерітіндісі қолданады. Анализденетін ерітіндіге калий хроматының ерітіндісі қосылып, күміс нитраты ерітіндісімен титрленеді:



Фольгард әдісі суда ерімейтін ақ түсті күміс роданидінің $AgCNS$ тұнбасының түзілу реакцияларына негізделген. Жұмысшы ерітінділер ретінде $AgNO_3$, $KCNS$ немесе NH_4CNS , ал индикатор ретінде темір-аммиакатты ашу тастарының ($NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) қаныққан ерітіндісі қолданады. Фольгард әдісін кері титрлеу жолымен өткізеді.

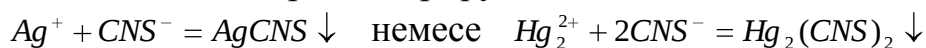
Фаянс әдісі галогенидтерді және роданидтерді адсорбциялық қасиетке ие болатын флуоресцеин индикатордың қатысуында анықтауға негізделген. Флуоресцеин галогенид тұздардың тұнбаларына адсорбцияланып (сіңіріліп) өз бояуын өзгертеді.

Меркурометрия әдісі (I) сынаптың галогендермен және басқа да аниондармен нашар еритін қосылыстарды түзу реакцияларына негізделген:



Меркуриметрияда титрант ретінде (I) сынаптың нитрат ерітіндісі қолданады.

Тиоцианатометрия әдісі Ag^+ және Hg_2^{2+} катиондарын тиоцианат (CNS^-) ионымен тұнбаға түсіруге негізделген:

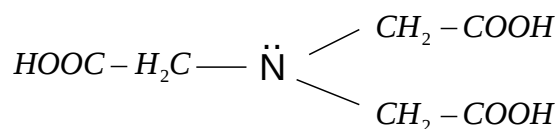


Анализ үшін калий немесе аммоний тиоцианатының ($KCNS$, NH_4CNS) жұмысшы ерітінділері қолданады. Титрлеуді аргенто- және меркуриметрия әдістерінде көрсетілгендей жағдайларда өткізеді.

Комплексонометриялық титрлеу әдісі анықталатын иондардың кейбір органикалық қосылыстарымен комплекс түзу реакцияларына негізделген. Кейде комплекстің орынан хелаттар түзіледі, сондықтан бұл әдісті **хелатометрия** деп те атайды.

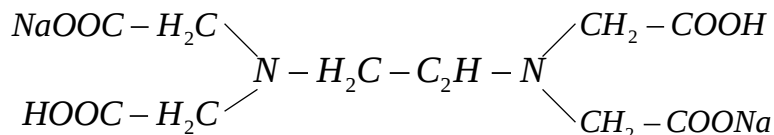
Комплекс түзуші органикалық қосылыстарды – **комплексондар** деп атайды. Комплексондар аминополикарибон қышқылдарының туындылары болып табылады. Комплексонометриялық титрлеуде үш түрлі комплексон қолданады:

- 1) Комплексон I – үшнитрилсірке қышқылы

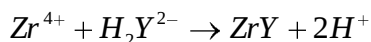
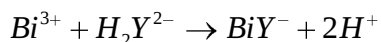
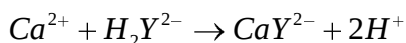


- 2) Комплексон II – этилендиаминтетрасірке қышқылы (ЭДТУ, H_4Y)

- 3) Комплексон III – этилендиаминтетрасірке қышқылының динатрий тұзы (ЭДТА, Трилон Б, Na_2H_2Y)



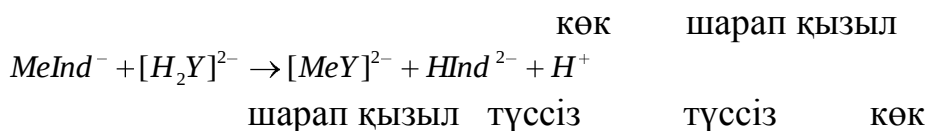
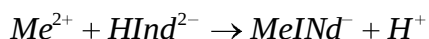
Ең жиі қолданатын комплексон Трилон Б. Ол көптеген металл катиондарымен ішкі комплексті қосылыстарды (хелаттарды) түзеді:



Комплексонометрияда эквиваленттік нүктені анықтау үшін комплекс түзе алатын арнайы индикаторлар (металлохромды индикаторлар) қолданады. Олар анықталатын катионмен боялған комплексті түзе алатын органикалық бояғыштар болып табылады. Металл катионы мен индикатордың комплексі катион-Трилон Б комплексіне қарағанда әлсіздеу болады, сонда титрлеу кезінде металл катиондары индикатордан комплексонға өтеді де, нәтижесінде бос күйінде түсті индикатор бөлініп шығады.

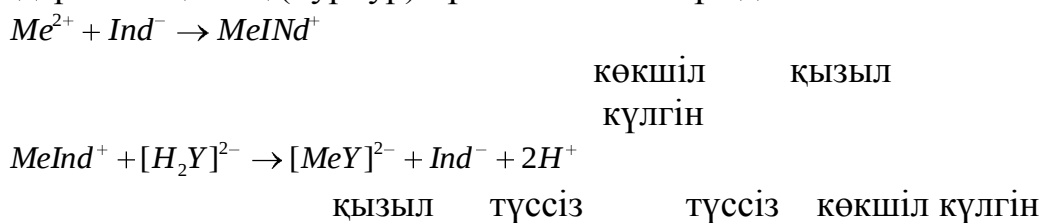
Қазіргі кезде жиі қолданатын металлохромды индикаторлар бұл арнайы эриохром қара ($0,0$ -диазобояғыш $C_{20}H_{13}O_7N_3S$) және мурексид ($C_8H_8N_6O_6 \cdot H_2O$).

Арнайы эриохром қара ET-00 (арнайы хромоген қара) индикатордың анионы ($HInd^{2-}$) сілтілік ортада анық көк түске ие болады. Екі валентті металл катиондарымен ол шарап қызыл түсті комплекстерді түзеді:



Хромоген қара индикаторы ерітіндінің рН мәніне қарай үш түрлі боялған формада бола алады: рН<6 болғанда ол металл катиондарымен шарап қызыл түсті комплекс береді, рН=8-12 аралығында ол көкшіл жасыл түсе болады, ал рН>12 болғанда қызғылт сары түске ие болады. Эриохром қара индикаторымен келесі металдарды анықтауға болады: *Mg, Ca, Zn, Cd, Pb*

Мурексид пурпур қышқылының аммонийлі тұзы, индикатордың анионы (*Ind*⁻) сілтілік ортада көкшіл күлгін түске ие болады, ал металл катиондарымен қызық (пурпур) түсті комплекс түзеді:



Мурексид көбісінде тек кальцийкатионын анықтау үшін қолданады, титрлеуді күшті сілтік ортада өткізген жөн (рН=12). Келесі металл катиондарымен ол сары түсті комплекс түзеді: *Co*²⁺, *Cu*²⁺, *Ni*²⁺

Комплексонометриялық титрлеу әдісін құймалар мен шлактардың құрамындағы металдардың мөлшерін және әртүрлі қосымша заттарды анықтауда, судың құрамында металдардың мөлшерін және сапасын анықтауда қолданады.

Бақылау сұрақтары:

1. Титриметриялық анализдің мақсаттары мен міндеттері, қолдану аймақтары, теориялық негіздері қандай?
2. Титриметриялық анализде қолданатын ерітінділер, оларды дайындау шарттары және сақтару ережелері. Концентрациясы дәл ерітінді дайындау үшін қолданылатын ыдыстар түрлері.
3. Титрлеу процесі дегеніміз не? Титрлеуде қолданатын ыдыстар мен құралдар. Эквиваленттік нүкте дегеніміз не? Оны анықтау жолдары.
4. Қышқылдық-негіздік титрлеу әдісі, оны жүргізу шарттары. Эквиваленттік нүктені анықтау үшін қолданатын индикаторлар.
5. Тотығу-тотықсыздану титрлеу әдісі, оны жүргізу шарттары. Эквиваленттік нүктені анықтау үшін қолданатын индикаторлар.
6. Комплексонометриялық титрлеу әдісі, оны жүргізу шарттары. Эквиваленттік нүктені анықтау үшін қолданатын индикаторлар.

Тапсырма: титрлеу әдістерімен танысу, титриметриялық анализде қолданатын ыдыстармен танысып, олармен жұмыс істеу дағдыларын қалыптастыру.

1 тәжірибе. Қышқылдық-негіздік титрлеу әдісі

Реактивтер: 0,1н HCl ерітіндісі немесе фиксанал, 1л 0,1н бураның ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) стандартты ерітіндісі, метилоранж индикаторы.

Құрал-жабдықтар: аналитикалық таразы, бюретка, пипетка, конус тәріздес колбалар, көлемі 1л дөңгелек өлшеуіш колбалар.

Жұмыс барысы:

Тұз қышқылы ерітіндісінің нормальдік концентрациясы мен титрін *біріншілік стандартты ерітінділер* арқылы анықтайды. Бұл жұмыста стандартты ерітінді ретінде бура ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) немесе сода (Na_2CO_3) ерітінділері қолданады.

1) Көлемі 1л 0,1н бураның ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) стандартты ерітіндісін дайындау үшін алынатын бураның таза массасын есептейміз:

$$V_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}(\text{дәл})} = 1\text{л}$$

$$N_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = 0,1\text{н} / \text{л}$$

$$M_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = 382\text{ г} / \text{моль}$$

$$\gamma_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = \frac{1}{2} \cdot \frac{N_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}}{1} = \frac{382}{2} = 191\text{ г} / \text{моль}$$

$$m_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = N \cdot V_{(\text{л})} \cdot \gamma = 0,1 \cdot 1\text{л} \cdot 191\text{ г} / \text{моль} = 19,1\text{г}$$

2) Есептелген бураның массасын аналитикалық таразыда (0,0001г дәлдікпен) өлшеп, өлшендіні көлемі 1л дөңгелек өлшеуіш колбаға ерітіп, ерітіндісін дайындау.

3) Бюретканы дайындау – ол үшін бюретканы бірнеше рет жай сумен, сосын дистелденген сумен, содан соң тұз қышқылының ерітіндісімен шаю керек. Енді бюретканы тұз қышқылының жұмысшы ерітіндісімен толтырады.

4) Титрлеуге арналған конус тәріздес колбаға, пипетка арқылы, бура ерітіндісінен 10мл өлшеп құйяды да үстіне 1 – 2 тамшы метилоранж индикаторынан тамызады, нәтижесінде колбадағы ерітінді сары түске боялады. Содан соң оны бюреткаға құйылған тұз қышқылының жұмысшы ерітіндісімен қызғылт түске дейін титрлейді. Титрлеуді 3 рет қайталайды.

Талдау протоколы:

1. Титрлеуге алынған бура ерітіндісінің көлемі: $V_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}(\text{дәл})} = 10\text{мл}$

2. Титрлеуге жұмысалған тұз қышқылы ерітіндісінің көлемі $V_{\text{HCl}}^1 V_{\text{HCl}}^2 V_{\text{HCl}}^3$

3. Титрлеуге жұмысалған тұз қышқылы ерітіндісінің орташа көлемі $V_{\text{HCl}}^{\text{орташа}} = :$

Талдау есептеулері:

$$\frac{V_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}}{V_{\text{HCl}}^{\text{орташа}}} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}}{N_{\text{HCl}}}$$

$$N_{\text{HCl}} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} \cdot N_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}}{V_{\text{HCl}}^{\text{орташа}}}$$

$$T_{HCl / Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O} = \frac{N_{HCl} \cdot \dot{Y}_{Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O}}{1000}$$

1 литр тұз қышқылы ерітіндідегі таза тұз қышқылдың массасын есептеу:

$$m_{HCl} = T_{HCl} \cdot 1000$$

2 тәжірибе. Судың карбонаттық (уақытша) кермектілігін ацидиметриялық титрлеу әдісімен анықтау

Реактивтер: стандартталған тұз қышқылы (HCl) ерітіндісі, метилоранж индикаторы.

Құрал-жабдықтар: бюретка, 250 мл конусты колбалар, воронка, цилиндр, пипетка.

Жұмыс барысы:

Бюретканы стандартталған тұз қышқылы ерітіндісімен толтырыңыз.

Титрлеуге арналған конус тәріздес колбаға цилиндр арқылы өлшеп 100 мл шикі судан құйыңыз да үстіне 2-3 тамшы метилоранж индикаторын тамызыңыз. Сары түске боялған ерітіндіні тұз қышқылымен әлсіз қызғылт түске дейін титрлеңіз. Титрлеуді үш рет өткізеді.

Талдаудың протоколы:

1. Титрлеуге алынған судың көлемі: $V_{\text{нó}} = 100 \text{ л}$
2. Титрлеуге жұмысалған тұз қышқылы ерітіндісінің көлемі $V_{HCl}^1 V_{HCl}^2 V_{HCl}^3$
3. Титрлеуге жұмысалған тұз қышқылы ерітіндісінің орташа көлемі $V_{HCl}^{\text{ср}}$:

Талдау есептеулері:

$$\hat{E}_{\text{нó}} = \frac{V_{HCl}^{\text{ср}} \cdot N_{HCl}}{V_{\text{нó}}} \cdot 1000 \text{ мг/л} / \text{л}$$

Жұмыстың қорытындысын жазыңыз

3 тәжірибе. Комплексонометриялық титрлеу

Реактивтер: трилон Б, дистеленген су, магний оксиды, концентрлі тұз қышқылы, аммоний хлориді, аммиактың концентрленген ерітіндісі, хромоген қара индикаторы, натрий хлориды, сүт, 10 мл 9 н натрий гидроксидінің ерітіндісі, мурексид.

Құрал-жабдықтар: бюретка, 250 мл конусты колбалар, таразы, шыны таяқшысы, фильтр қағазы, воронка, цилиндр, өлшеуіш колбалар мен пробиркалар, пипетка.

Жұмыс барысы:

Көбісінде талдау үшін 0,1н немесе 0,05н трилон Б ерітіндісін қолданады. 1л 0,05н трилон Б ерітіндісін дайындау үшін таразыда 18,61г (ч.д.а.) затты өлшейді де, көлемі 1л өлшеуіш колбада дистелденген сумен ерітеді.

Алынған трилон Б ерітіндісінің нормальділігі мен титрін 0,1н $MgCl_2$ ертіндісі арқылы анықтайды. 1л 0,1н магний хлориды ерітіндісін дайындау үшін аналитикалық таразыда дәл 4,032г магний оксидін өлшеп, көлемі 1л

өлшеуіш колбада 20 мл концентрлі тұз қышқылымен ерітеді де, дистелденген сумен сұйылтады.

Титрлеудың басында конусты колбаға 25мл 0,1н магний хлориді ерітіндісін құйып, оған 10мл аммиакты буферлік ерітіндісін және 0,2-0,3г қара эриохром мен натрий хлориды қоспасын қосады да, 100 мл-ге дейін дистелденген сумен сұйылтады. Магний мен индикатордың ішкікомплекттік қосылыс тұзу нәтижесінде алынған ерітінді қызғылт-күлгін түске боялады. Ерітіндіні 60⁰-70⁰С температураға дейін қыздырыңыз. Бюретканы трилон Б ерітіндісімен толтырады да, магний хлориді ерітіндісін титрлейді. Титрленген ерітінді көкшіл-жасыл түске боялғанда титрлеуді аяқтайды. Титрлеуді 3 рет өткізеді.

Талдаудың протоколы:

1. Магний хлориді ерітіндісінің көлемі $V_{MgCl_2} = 25 \text{ л}$
2. Магний хлориді ерітіндісінің нормальдік концентрациясы $N_{MgCl_2} = 0,1 \text{ г/мл}$
3. Титрлеуге жұмсалған трилон Б ерітіндісінің көлемі: $V_1 \quad V_2 \quad V_3$
4. Титрлеуге жұмсалған трилон Б ерітіндісінің орташа көлемі $V_{орт}$
5. Қосымша берілгені: $E_{тр.Б.} = 372,2 \text{ г/моль}$

Талдаудың есептеулері:

$$N_{\text{ода}} = \frac{V_{MgCl_2} \cdot N_{MgCl_2}}{V_{\text{ода}}}$$

$$\text{ода} = \frac{N_{\text{ода}} \cdot \dot{Y}_{\text{ода}}}{1000}$$

4 Тәжірибе. Судың жалпы кермектілігін анықтау.

Титрлеуге арналған колбаға 20мл шикі су құйып, үстіне 1мл аммиакты буферлік ерітіндісін қосады. Бұл ерітіндіге шарапты-қызыл түс пайда болғанша қара хромоген индикаторының ерітіндісін тамызады да, оны 0,05н трилон Б ерітіндісімен титрлейді. Ерітінді көк түске боялғанда титрлеуді аяқтайды. Титрлеуді 3 рет өткізеді.

Талдаудың протоколы:

1. Титрлеуге алынған судың көлемі $V_{су} = 20 \text{ мл}$
2. Титрлеуге жұмсалған трилон Б ерітіндісінің көлемі: $V_1 \quad V_2 \quad V_3$
3. Титрлеуге жұмсалған трилон Б ерітіндісінің орташа көлемі $V_{орт}$
4. Қосымша берілгені: $N_{\text{ода}} = 0,05 \text{ г/мл}$

Судың жалпы кермектілігін келесі формула арқылы есептейді:

$$\hat{E}_{\text{ода}} = \frac{V_{\text{ода}} \cdot N_{\text{ода}}}{V_{\text{ода}}} \cdot 1000 \text{ мг/л}$$

5 тәжірибе. Сүттің құрамындағы кальций иондарының концентрациясын анықтау.

Тәжірибелік сынама (А) ретінде 2мл сүтті 48мл дистелденген сумен сұйылтып, оған 0,4мл 9н натрий гидроксиді ерітіндісін және аз мөлшерде мурексид индикаторын қосады. Ерітінді күлгін түске боялғанша 0,05н трилон Б ерітіндісімен титрлейді. Сонымен қоса параллель жағынан бақылау сынама (В) ретінде сүттің орнына дистелденген суды дәл сол жағдайларда титрлейді.

Сүттің құрамындағы кальций иондарының концентрациясын келесі формула арқылы есептейді:

$$X=0,2*(A - B)*50\%$$

X – кальцийдің мөлшері, мг%

0,2 – 1мл 0,05н комплексон III ерітіндіге сәйкес келетін кальцийдің мг мөлшері.

A – тәжірибелік сынаманы титрлеуге жұмсалған 0,05н комплексон III ерітіндінің көлемі (мл)

B – бақылау сынаманы титрлеуге жұмсалған 0,05н комплексон III ерітіндінің көлемі (мл)

50% – мг-ды %-ке айналдыру

Жұмыстың қорытындысын жазыңыз

6 тәжірибе. Редоксиметрия титрлеу әдісі

Перманганатометрияда перманганаттың 0,01н ерітіндісін (яғни 1л ерітіндіде 0,02г-экв KMnO_4 бар) қолдануға лайықты. Перманганатпен титрлеуді күшті қышқыл ортада жүргізеді, сондықтан

$$\mathcal{E}_{\text{KMnO}_4} = \frac{M_{\text{KMnO}_4}}{+ ne^-} = \frac{158}{5} = 31,61 \text{ г / моль}$$

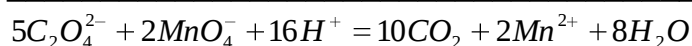
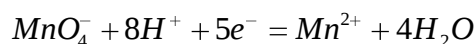
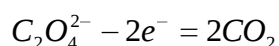
Бұл өлшендінің мөлшері (яғни 31,61г KMnO_4) 1л 1н ерітіндіде болу керек. Біздің жұмыс үшін перманганаттың 0,01н ерітіндісі қажет болғандықтан, 1л ерітіндіде 0,01г-экв KMnO_4 еріту қажет, яғни

$$m_{\text{KMnO}_4} = N_{\text{KMnO}_4} \cdot \dot{Y}_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{(\text{г})} = 0,01 \text{ г} \cdot 31,61 \text{ г / моль} \cdot 1 \text{ л} = 0,3161 \text{ г}$$

Перманганаттың 0,01н ерітіндісін дайындау үшін техникалық таразыда 0,4г құрғақ KMnO_4 тұзын өлшеп, 1л суда ерітіп араластырады да шыны пробкамен жабылған қоңыр шыны ыдыста 8-10 күнге қалдырады. Перманганатпен титрлеу үшін шыныдан жасалған шөлмектері бар бюреткаларды қолданады.

KMnO_4 ерітіндісінің нормальділігі мен титрін қымыздық қышқылы $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ және қымыздық-қышқыл натрий $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (натрий оксалаты) тұзы арқылы анықтауға болады.

7 тәжірибе. Натрий оксалатының стандарт ерітіндісімен калий перманганат ерітіндісін стандарттау



Реактивтер: 100 мл 0,01н натрий оксалаты немесе қымыздық қышқылының ерітіндісі, 1л 0,01 н калий перманганаты ерітіндісі, 2н H_2SO_4 қышқыл ерітіндісі

Құрал-жабдықтары: бюретка, пипеткалар, тоқ пеші, термометр, көлемі 250мл конус тәріздес қолбалар

Жұмыс барысы:

Калий перманганаты ерітіндісінің нормальділігін және титрін анықтау үшін натрий оксалатының 100 мл 0,01 н ерітіндісін дайындайды. Ол үшін натрий оксалатының қайтадан кристалданған және 105-110°C температурада қыздырылған тұзы қолданады. Натрий оксалатының нақты өлшендісін дистелденген суда ерітіп, оны көлемі 250мл өлшеуіш дөңгелек тегіс түпті қолбаға құйып, колбаның белгісіне дейін дистелденген суды құйып, жақсылап араластырады.

Бюретканы калий перманганаты ерітіндісімен толтырады. Титрлеуге арналған конус тәріздес колбаға 20 мл H_2SO_4 күкірт қышқылын құйып, 80-90°C температураға дейін қыздырады. Ыстық ерітіндіге натрий оксалатының 10 мл ерітіндісін құйып, перманганатпен титрлейді. Ерітінді 30сек ішінде тұрақты әлсіз-қызғылт түске боялғанда титрлеуді тоқтатады. Титрлеуді 3 рет өткізеді.

Талдаудың протоколы:

1. Титрлеуге алынған натрий оксалаты ерітіндісінің көлемі $V_{Na_2C_2O_4} = 10\text{ мл}$
2. Титлеуге жұмсалған перманганат ерітіндісінің көлемі $V_{KMnO_4}^1 V_{KMnO_4}^2 V_{KMnO_4}^3$
3. Титрлеуге жұмсалған перманганат ерітіндісінің орташа көлемі $V_{KMnO_4}^{opt}$

Қосымша берілгендері:

$$N_{Na_2C_2O_4} = 0,01\text{ н}$$

Есептеулер:

$$N_{KMnO_4} = \frac{N_{Na_2C_2O_4} \cdot V_{Na_2C_2O_4}}{V_{KMnO_4}^{opt}}$$

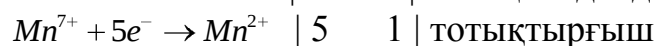
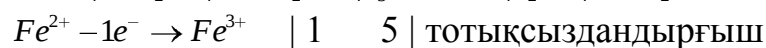
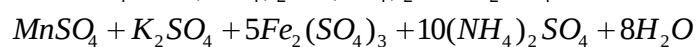
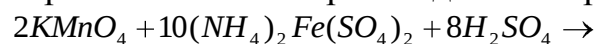
$$T_{KMnO_4} = \frac{N_{KMnO_4} \cdot M_{f, KMnO_4}}{1000}$$

Тапсырма: тотықтырғышпен тотықсыздандырғыштың эквиваленттерін есептеу.

Жұмыстың қорытындысын жазыңыз

8 тәжірибе. Мор тұзының ерітіндісіндегі (II) темірдің мөлшерін анықтау.

Ерітіндіде Fe^{2+} мөлшерін анықтау – перманганатометрияның негізгі қолданылуы болып табылады. Темір (II) тұзыдарының ауылшаруашылығында және малшаруашылығында кең қолданғандықтан, бұл талдаулардың практикалық маңызы зор болып келеді. Мор тұзының құрамы: $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$ немесе $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$. Бұл тұздың ерітіндісін перманганатпен титрлегенде келесі реакция жүреді:



Реактивтер: 1л стандартталған калий перманганаты ерітіндісі, 2н H_2SO_4 қышқыл ерітіндісі, Мор тұзы

Құрал-жабдықтары: бюретка, пипеткалар, таразы, көлемі 250мл конус тәріздес қолбалар

Жұмыс барысы:

Анализ үшін аз мөлшерде (a, z) Мор тұзын өлшеп, көлемі 100мл өлшеуіш колбаға ерітіп колбаның белгісі дейін су құяды. Титрлеуге арналған колбаға пипетка арқылы Мор тұзының ерітіндісінен 10мл-ін өлшеп құяды, сосын оны 8-10мл 2н H_2SO_4 күкірт қышқылымен қышқылдандырады да салқын бөлмеде титрлейді. Ерітінді 1-2мин ішінде тұрақты әлсіз-қызғылт түске боялғанда титрлеуді тоқтатады. Титрлеуді 3 рет өткізеді.

Талдаудың протоколы:

1. Титрлеуге алынған Мор тұзының ерітіндісінің көлемі $V_{\text{Мортұзы}} = 10 \text{ мл}$
2. Бірінші титлеуге жұмсалған перманганат ерітіндісінің көлемі $V_{KMnO_4}^1, V_{KMnO_4}^2, V_{KMnO_4}^3$
3. Титрлеуге жұмсалған перманганат ерітіндісінің орташа көлемі $V_{KMnO_4}^{opt}$

Есептеулер:

$$N_{Fe^{2+}} = \frac{N_{KMnO_4} \cdot V_{KMnO_4}}{V_{\text{Мортұзы}}}$$

100мл ерітіндідегі Fe^{2+} мөлшері: $m_{Fe^{2+}} = N_{Fe^{2+}} \cdot M_f(Fe) \cdot V_{epim}(\text{л}) = N_{Fe^{2+}} \cdot 5,585$

Жұмыстың қорытындысын жазыңыз

Коллоидтық жүйелер

Коллоидтық химия жоғары дисперстік микрогетерогенді жүйелер мен жоғары молекулалық қосылыстардың ерітінділерін зерттейді.

Коллоидты жүйелер дисперстік жүйелерге жатады.

Дисперстік фаза мен дисперстік ортаның агрегаттық күйіне қарай дисперстік жүйелер келесідей жіктеленеді:

1. Дисперстік ортасы сұйық, ал
 - дисперстік фазасы газ болып келетін жүйелер көбіктер деп аталады
 - дисперстік фазасы сұйық болып келетін жүйелер эмульсиялар деп аталады
 - дисперстік фазасы қатты заттар болып келетін жүйелер суспензиялар деп аталады
2. Дисперстік ортасы газ, ал
 - дисперстік фазасы сұйық болып келетін жүйелер аэрозольдер деп аталады
 - дисперстік фазасы қатты заттар болып келетін жүйелерге түтін, әртүрлі заттардың шаңдары жатады
3. Дисперстік ортасы қатты заттар, ал
 - дисперстік фазасы газ болып келетін жүйелер қатты көбіктер деп аталады
 - дисперстік фазасы сұйық болып келетін жүйелерге сұйық қоспалары бар табиғи минералдар: маржан тас, опал және т.б. жатады

- дисперстік фазасы қатты заттар болып келетін жүйелерге металдың балқымалары, бағалы тастар, түсті шынылар, көк тас тұзы және т.б. жатады

Дисперстік жүйелер дисперстік фазаның ортамен әрекеттесуінің интенсивтілігі бойынша екі топқа бөледі: лиофобтық және лиофильдік. Леофобтық жүйелерде – дисперстік фаза бөлшектері ортаның молекулаларымен әлсіз әрекеттеседі. Леофобтық жүйелерге металдардың гидрозольдары, сульфидтері, майдың судағы эмульсиясы т.б., яғни микрогетерогенді жоғары дисперсті жүйелер жатады. Леофильдік жүйелерде – дисперстік фаза бөлшектері еріткішпен жақсы әрекеттеседі, оларға сабындардың, алкалоидтардың, кейбір бояғыштардың ерітінділері жатады.

Коллоидтық жүйелер – бұл фазалар арасындағы беттің ауданы жақсы дамыған жоғары дисперсті микрогетерогенді жүйелер. Олардың бөлшектері тұнбаға түспейді, қағаз фильтрлерінен өтеді, бірақ өсімдік және жануарлардың мембраналары арқылы өтпейді (пергамент, т.б.). Мысалы, топырақ коллоидтары, алтынның, күмістің, күкірттің, судағы ерітінділері жатады. Егер коллоидтық жүйенің дисперстік ортасы сұйық болса, ол *лиоэль*, ал егер су болса – *гидроэль* деп аталады.

Коллоид ерітінділерін екі жолмен алуға болады:

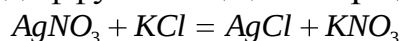
1. конденсациялау әдісі
2. дисперсиялық әдіс

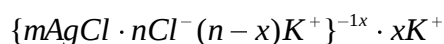
Пептизация деп тұнбаның золь түзіп бөлшектерге ыдырау процесі аталады. Бұл бөлшектердің бірігуіне қарсы процесс. Пептизация процесі тек бөлшектердің құрылысы өзгермеген болса ғана жүруі мүмкін. Сондықтан тұнбаға жаңа түскен заттар жақсы пептизацияланады. Тұнбаны пептизациялау үшін оны электролиттен шайып, ортаға стабилизатор енгізу керек. Стабилизатор ретінде бөлшектердің бетіндегі потенциал анықтайтын иондары бар электролиттерді қолданады. Мысалы темір гидроксиді үшін пептизаторлар темір хлориді болып табылады.

Коллоидтық ерітінділерді қоспалардан тазартудың кеңінен тараған әдістері: диализ, электродиализ және ультрафильтрация. Биологиялық сұйықтарды зерттеу кезінде компенсациялық диализ және вивидиализ әдістері қолданылады.

Коллоидты жүйенің қасиеттерін анықтайтын коллоидты заттың ең кішкентай мөлшері *мицелла* деп аталады. Мицелла құрамына кіреді:

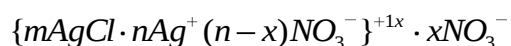
1. Ядро – кристалдық немесе аморфты күйде болатын бейтарап атом не молекула;
2. Иондардың мономолекулалық адсорбциялық қабаты, бұлар ядро бетімен тікелей адсорбцияланады да потенциал анықтаушы иондар деп аталады;
3. Адсорбциялық қабат гранула түзеді. Гранула – потенциал анықтаушы иондармен қарсы иондардан тұратын қос электр қабаты.
4. Қос электр қабатына кірмеген, ядродан алысырақ орналасқан қарсы иондар диффузиялық қабат түзеді.





ядро ПАИ

қарсы иондар



ядро ПАИ

қарсы иондар

Коллоидты ерітінділердің кинетикалық, оптикалық және электр қасиеттері ерекше болып келеді: Тиндаль эффектiсi, электрофарез және электроосмос.

Тақырып бойынша бақылау сұрақтары

1. Дисперстік жүйе дегеніміз не? Олардың түрлетін сипаттаңыз.
2. Дисперстік дәреже дегеніміз не? Дисперстік дәреженің шамасына қарай жүйелер қалай жіктеледі?
3. Коллоидтық жүйелер дегеніміз не? Олардың алу жолдарын атаңыз, мысал келтіріңіз. Коллоидтық жүйелердің ерекшеліктері қандай?
4. Коллоидтық жүйелерді тазалау қандай әдістерін білесіз? Оларды сипаттаңыз.
5. Коллоидтық жүйелердің қандай қасиеттері бар? Коллоидтық жүйелерді нағыз ерітінділерден қалай ажыратуға болады?
6. Диализ, электродиализ, электрофарез және электроосмостың қолдану аймақтары.

Қорытынды

Берілген оқу-әдістемелік құрал «Талдау әдістерінің физикалық негіздері» пәні бойынша зертханалық практикумды тиімді орындауды қамтамасыз ету және мамандар сапасын арттыру мақсатында жазылған.

Физико-химиялық талдау әдістер көмегімен қазіргі таңда химиялық және тағам өнеркәсібінде, ауыл шаруашылығында, биология мен биотехнологияда, медицинада, қоршаған ортаның ластануын бақылау қызметінде көбінесе массалық химиялық талдаулар жасалып жатыр.

Физико-химиялық әдістердің қолдануы қазіргі ғылым мен техниканың қажеттіліктердің толық міндеттер кешенін шешуге мүмкіндік береді: бақылау шектерін төмендету, анықтаудың таңдау мүмкіндігін арттыру.

Зертханалық практикумге талдаудың қазіргі физико-химиялық әдістері зауытты және зертханалық лабораторияларда қолданылатын және әр түрлі химия-технологиялық міндеттерді шешуінде қолданылады(электрохимиялық, оптикалық, бөлу және концентрлеу).

Оқу-әдістемелік құралды дайындау кезінде зертханалық практикумның физико-химиялық талдау бойынша көп жылғы тәжірибесі қолданылған және қазіргі химиялық-аналитикалық мүмкіндіктері ескерілген.

Қолданылған әдебиеттер тізімі

1. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. М.: Высшая школа. 2010, 288 с.
2. Драго Р.. Физические методы в химии М.: Мир. 2011, Т. 1,2, 671 с.
3. Фельдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности. М.: Мир. 2009. 342 с.
4. Ю.М. Ципенюк. Принципы и методы ядерной физики. М.: Энергоатомиздат, 1993, 348 с.
5. Пешкова В.М., Громова М.И. Методы абсорбционной спектроскопии в аналитической химии. М.: Высшая школа, 2006.
6. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 2006.
7. Паркер С. Фотолюминесценция растворов. М.: Мир, 2002.
8. Лакович Дж. Основы флуоресцентной спектроскопии. М.: Мир, 1986.
9. Зайдель А.Н. Атомно-флуоресцентный анализ. Методы аналитической химии. Л.: Химия, 2013.
10. Жаров В.П., Летохов В.С. Лазерная оптико-акустическая спектроскопия. М.: Наука, 2004.
11. Лосев Н.Ф. Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. М.: Химия, 2002.
12. Сысоев А.А., Чупахин М.С. Введение в масс-спектрометрию. М.: Атомиздат, 2007.
13. Кузнецов Р.А. Активационный анализ. М.: Атомиздат, 2005.
14. Бенуэлл К. Основы молекулярной спектроскопии. М.: Мир, 2005
15. Дианов И.Г. Технологические измерения и контрольно-измерительные приборы химических производств. - М.: Химия, 2003. - 228 с.
16. Кулаков М.В. Технологические измерения и приборы для химических производств. - М.: Машиностроение, 2003. - 224 с.
17. Коузов П.А., Скрябина Л.Я. Методы определения физико-химических свойств промышленных пылей. - Л.: Химия, 2003. - 142 с.
18. Берлинер М.А. Измерение влажности. - М.: Энергия, 2005. - 339 с.
19. Физико-химические методы анализа : Сб. лаб. работ / М-во общ. и проф. образования Рос. Федерации, Новосиб. гос. техн. ун-т ; [Сост. Ю. М. Самойлов], 90 с. ил. 20 см, Новосибирск НГТУ 2008
20. Мухина Е. .А, Физико-химические методы анализа : [Учеб.для хим. спец. сред. проф. учеб. заведений] / Е. А. Мухина, 414,[1] с. ил. 21 см, М. Химия 2005
21. Физико-химические методы анализа : Учеб.пособие / И. Н. Липунов, Л. И. Гуревич, 147 с. ил. 20 см, Свердловск Изд-во Урал. ун-та 2010
22. Физико-химические методы анализа : Практ. руководство : [Учеб. пособие для хим. и хим.-технол. спец. вузов / В. Б. Алесковский и др.] ; Под ред. В. Б. Алесковского, 372,[1] с. ил. 22 см, Л. Химия Ленингр. отд-ние 2008
23. Спиридонов Ф. П. Физико-химические методы анализа : (Термогр. метод). Учеб.пособие, 96 с. ил. 21 см., Чебоксары Чуваш. ун-т 2008