

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования

**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

УТВЕРЖДАЮ

Зам.директора ФТИ по УР

_____ Д.Г. Демянюк

« ___ » _____ 2015 г.

НЕФЕЛОМЕТРИЯ И ТУРБИДИМЕТРИЯ

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплинам «Методы аналитического контроля производств материалов современной энергетики» для студентов специальности 240501 «Химическая технология материалов современной энергетики» и «Физические и химические методы анализа ядерных материалов» для бакалавров направления 14.03.02 «Ядерная физика и технологии»

Составители **Г.Н. Амелина, Л.А. Леонова**

Издательство
Томского политехнического университета
2015

УДК 543.4 (075.8)
ББК 000000

Нефелометрия и турбидиметрия: методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Методы аналитического контроля производств материалов современной энергетики» для студентов специальности 240501 «Химическая технология материалов современной энергетики» / Национальный исследовательский Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2015. – 13 с.

УДК 543.4 (075.8)
ББК 00000

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром кафедры «Химическая технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов» ФТИ
« ____ » _____ 2015 г.

Зав. кафедрой ХТРЭ
доктор технических наук

_____ *Р.И. Крайденко*

Председатель учебно-методической
комиссии

_____ *А.В. Вильнина*

Рецензент

Кандидат химических наук,
доцент кафедры ХТРЭ
Н.Б. Егоров

© Составление ФГБАОУ ВО НИ ТПУ, 2015
© Амелина Г.Н., Леонова Л.А.
© составление 2015

ОГЛАВЛЕНИЕ

1	ОСНОВЫ НЕФЕЛОМЕТРИИ И ТУРБИДИМЕТРИИ.....	4
1.1	Нефелометрический метод анализа.....	5
1.2	Турбидиметрический метод анализа.....	6
1.3	Контрольные вопросы.....	8
2	ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА.....	9
	НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОРИЯ.....	9
	ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТ	11
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	12

1 ОСНОВЫ НЕФЕЛОМЕТРИИ И ТУРБИДИМЕТРИИ

Нефелометрия и турбидиметрия основаны на использовании явления рассеяния или поглощения света твёрдыми или коллоидными частицами, находящимися в жидкой фазе во взвешенном состоянии.

Термин «рассеяние» применительно к взаимодействию излучательной энергии с веществом, описывает разнообразные явления. При этом всегда имеется в виду случайное изменение направления излучения. Рассеяние зависит от следующих факторов:

- а) от длины волны излучения,
- б) размера и формы рассеивающих частиц;
- в) и иногда – от расположения их в пространстве.

При прохождении светового потока через взвеси мельчайших частиц в растворителе, т.е. через дисперсную систему, наблюдается боковое рассеяние света, благодаря чему свет, проходящий через среду, имеет вид мутной полосы. Мутность её объясняется рассеянием светового луча и зависит от различных причин.

Если линейные размеры частиц *больше* длины падающей световой волны, то рассеяние света обусловлено *преломлением* света на границе раздела «частица – растворитель» и *отражением* света частицами.

Если же линейные размеры частицы *меньше* длины волны падающего света, то наблюдается *дифракция* световой волны, огибание ею частицы.

Интенсивность рассеянного света с увеличением числа рассеивающих частиц возрастает; на этой закономерности основаны два родственных аналитических метода определения концентрации вещества: нефелометрия и турбидиметрия.

Метод, в котором используют линейное измерение, называют *турбидиметрией*, а метод с измерением под углом 90° (или каким-либо другим) – *нефелометрией*.

Почти все аналитические измерения связаны с видимым излучением. Пробу освещают интенсивным потоком I_0 (рис. 1), а затем, так же как в молекулярной абсорбционной спектроскопии, измеряют интенсивность прошедшего излучения I , или определяют интенсивность излучения, рассеянного под определённым углом (например, 90° , I_{90}):

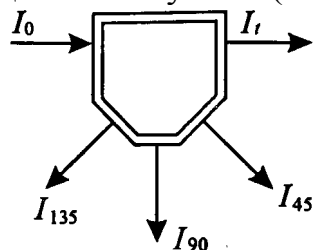


Рис. 1 Картина рассеяния: I_0 – интенсивность падающего потока; I – интенсивность прошедшего потока; I_{145} , I_{190} , I_{135} – интенсивности излучения, рассеянного под разными углами.

1.1 Нефелометрический метод анализа

Он основан на измерении интенсивности светового потока, рассеянного частицами, находящимися в растворе во взвешенном состоянии (рис. 2):

$$I_0 = I_p + I_{пр} + I_{отр.},$$

где I_0 – интенсивность падающего света, I_p – интенсивность светового потока, рассеянного частицами взвеси, $I_{пр.}$ – интенсивность света, прошедшего через кювету, $I_{отр.}$ – интенсивность отражённого света.

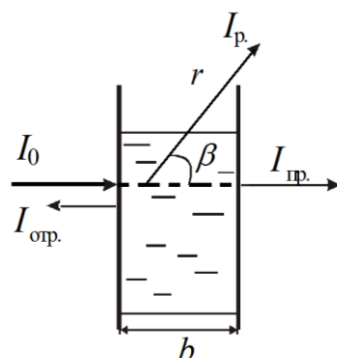


Рис. 2. Схема распределения светового потока, падающего на кювету со взвесью

Значения I_p и $I_{пр}$ зависят от концентрации взвешенных частиц в растворе.

Интенсивность потока, рассеянного небольшими частицами, подчиняется уравнению Рэлея:

$$I_p = I_0 \left[\frac{n_1^2 - n^2}{n^2} \cdot \frac{N \cdot V^2}{\lambda^4 \cdot r^2} (1 + \cos^2 \beta) \right], \quad (1)$$

где n_1 и n – коэффициенты преломления частиц и среды;

N – общее число частиц;

V – объём частиц;

λ – длина волны падающего света;

r – расстояние от наблюдателя;

β – угол, образованный падающим и рассеянным светом.

При нефелометрических измерениях величины n , n_1 , r и β считаются постоянными. Поэтому уравнение (107) преобразуется к виду:

$$I_p = I_0 \cdot K \cdot \frac{N \cdot V^2}{\lambda^4}, \quad (2)$$

где K – коэффициент пропорциональности.

Из уравнения (2) следует, что интенсивность рассеянного светового потока пропорциональна числу дисперсных частиц, т.е. концентрации определяемого вещества. На интенсивность рассеянного света I_p влияют не только количество, но и размеры частиц – обстоятельство, значительно усложняющее практическое выполнение нефелометрического анализа.

Интенсивность рассеянного света быстро возрастает с уменьшением длины волны. Поэтому рекомендуется применять падающий свет с коротким участком длины волны, т.е. использовать светофильтры или монохроматоры. Если анализируемую суспензию облучают белым светом, то в результате значительного большего рассеяния коротких волн рассеянный свет имеет голубой оттенок, а проходящий – красный.

Конструкции приборов для нефелометрических и люминесцентных измерений идентичны, поэтому любой флуориметр можно использовать в качестве нефелометра. Поскольку длина волны при рассеянии не изменяется, необходимость во втором монохроматоре или светофильтре отпадает, но если они имеются в приборе, то их следует настроить на длину волны падающего света. Многие серийные флуориметры снабжены специальными приспособлениями для нефелометрических измерений.

Еще одно направление практического использования таких методов – это применение лазеров для дистанционного определения. Степень уменьшения интенсивности лазерного потока пропорциональна числу частиц, содержащихся в воздухе. Из небольшого лазера и фотоэлемента можно собрать чувствительный детектор, с помощью которого легко уловить несколько микрограммов частиц дыма диаметром от 0,1 до 1 мкм в 1 м³ воздуха.

1.2 Турбидиметрический метод анализа

Турбидиметрия основана на измерении интенсивности потока, *прошедшего* через раствор, содержащий взвешенные частицы. При этом интенсивность проходящего света $I_{пр}$ уменьшается вследствие поглощения и рассеяния светового потока. Интенсивность светового потока может быть определена по уравнению:

$$\lg \frac{I_0}{I_{np}} = k \frac{cbd^3}{d^4 + a\lambda^4}, \quad (3)$$

где c – концентрация поглощающих частиц в растворе; b – толщина поглощающего слоя; d – средний диаметр поглощающих частиц; k и a – константы, зависящие от природы суспензии и метода измерения; λ – длина волны.

При постоянных значениях d , λ , k и a получаем:

$$\lg \frac{I_0}{I} = kbc. \quad (4)$$

Таким образом основное уравнение турбидиметрии имеет вид, аналогичный уравнению Бугера – Ламберта – Бера. При турбидиметрических измерениях величина, называемая мутностью, соответствует оптической плотности.

Для турбидиметрических измерений можно использовать любой фотометр или спектрофотометр. Если растворитель и рассеивающие частицы бесцветны, максимальная чувствительность достигается при использовании излучения голубой или ближней ультрафиолетовой области. для окрашенных систем оптимальную длину волны лучше всего подобрать экспериментально.

При осуществлении нефелометрических и турбидиметрических методов анализа необходимо соблюдать ряд следующих условий, определяющих успех работы.

Требования к методикам в нефелометрии и турбидиметрии

1. Вследствие того, что при работе этими методами обычно применяют сильноразбавленные растворы, полученные взвеси должны иметь *ничтожную растворимость*.
2. Получение правильных результатов при анализе суспензий зависит от методики получения суспензий и от воспроизводимости их оптических свойств. На это влияют следующие факторы:
 - 1) концентрация ионов, образующих осадок;
 - 2) отношение между концентрациями смешиваемых растворов;
 - 3) скорость смешивания;
 - 4) порядок смешивания;
 - 5) время, требуемое для получения максимальной мутности;
 - 6) стабильность дисперсности;
 - 7) присутствие посторонних веществ;
 - 8) температура;

- 9) наличие защитных коллоидов.
3. Взвеси должны быть устойчивы во времени. Для увеличения стойкости взвеси часто применяют защитные коллоиды.

Таким образом, стандартизация условий подготовки растворов к нефелометрическому и турбидиметрическому определению необходима для получения правильных результатов.

Все указанные ограничения приводят к тому, что рассматриваемые методы оказываются менее точными, чем фотометрические.

По точности турбидиметрия и нефелометрия уступают фотометрическим методам, что связано с недостаточной воспроизводимостью химико-аналитических свойств суспензий. Преимущество нефелометрического и турбидиметрического методов состоит в том, что с их помощью можно определять элементы, которые не дают устойчивых окрашенных соединений, а также, если анализируемая проба уже является пригодной для нефелометрии или турбидиметрии виде устойчивых суспензий, т.е. они дополняют фотометрические методы.

1.3 Контрольные вопросы

1. Что такое «нефелометрия» и «турбидиметрия»? Что общего и чем отличаются эти методы анализа?
2. Поясните влияние на интенсивность рассеянного света различных факторов (температура, концентрация определяемого вещества, размеры частиц, длина волны падающего света, свойства жидкой фазы)?
3. В какой фазе гетерогенной системы находится определяемое вещество: а) частицах взвеси, б) в жидкости?
4. Запишите уравнение Рэлея и поясните физический смысл входящих в него величин.
5. Свет с какой длиной волны следует использовать в нефелометрическом методе анализа?
6. Что общего и чем отличаются турбидиметрический и фотометрический методы анализа?
7. Назовите условия, которые необходимо выполнять при проведении нефелометрического и турбидиметрического методов анализа.
8. Как влияют на правильность результатов анализа концентрация ионов, образующих осадок, и отношение между концентрациями смешиваемых растворов?
9. Как влияют на правильность результатов анализа скорость и порядок смешивания растворов?

10. От чего зависит время, требуемое для получения максимальной мутности?

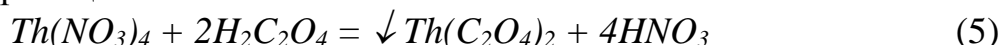
11. Как влияет на правильность результатов анализа присутствие посторонних веществ?

12. Назовите преимущества и недостатки нефелометрического и турбидиметрического методов анализа? В каких случаях их применяют?

2 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОРИЯ

Реакция нефелометрического определения тория основана на осаждении тория щавелевой кислотой:



При этом оксалат тория образует устойчивую мутную суспензию.

Определение тория проводится методом стандартных серий (калибровочных графиков).

С этой целью готовят растворы по следующей методике.

Реактивы:

1. 0,1 N раствор азотнокислого тория.
2. Спирт этиловый 96 %.
3. 0,1 N раствор щавелевой кислоты.

Ход лабораторной работы

1. К растворам 0,1 N азотнокислого тория ($\text{Th}(\text{NO}_3)_4$) в количествах, равных: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 мл, добавляют 5 мл спирта; (2 – 3) мл 0,1 N раствора щавелевой кислоты ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

2. Каждый раствор выдерживают в течение двух – трёх минут и доводят дистиллированной водой до метки 50 мл в мерной колбе.

2. Спустя 15 минут (после достижения максимальной мутности) проводят измерение на турбидиметре типа 2100 AN в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Порядок работы на лабораторный турбидиметре 2100AN

Лабораторный турбидиметр 2100AN измеряет мутность в диапазоне 0,0 – 10000 NTU (нефелометрические единицы мутности) с автоматическим выбором диапазона смещением десятичной точки.

Как правильно выполнять измерение мутности:

- Прибор должен прогреться 30 мин, если расчет соотношения включен, и 60 мин, если выключен. Как правило, при обычных измерениях оставляют прибор включенным в течение 24ч в сутки.

- Соберите представительную пробу в чистый контейнер. Наполните кювету пробой до отметки (примерно 30мл). Держа кювету за верхнюю часть, закройте ее крышкой.

- Держа кювету за верхнюю ее часть, протрите, чтобы удалить капли воды и отпечатки пальцев.

- Нанесите на стенки кюветы (сверху вниз) несколько капель силиконового масла. Нанесенного количества должно хватить на то, чтобы стенки покрылись тонким слоем масла. С помощью прилагаемой ткани, распределите масло равномерно по всей поверхности, после чего удалите избыток. Кювета должна казаться почти сухой (масла не должно быть видно, или едва заметно).

- Установите необходимый фильтр.

Как правило, для этого используют фильтр USERA, но можно также использовать фильтр на 860 нм.

- Поместите кювету в кюветное отделение прибора и закройте крышку. В режиме измерения пропускания, оптической плотности или цветности, при нажатии CAL/Zero выставляется «аналитический нуль», т.е. 100% пропускания, 0 единиц цветности или оптической плотности (пока выставляется аналитический нуль, на дисплее будет идти обратный отсчет).

Чтобы сразу же обновить показания дисплея, нажмите ENTER.

- Установите ручной или автоматический выбор диапазона измерения при помощи клавиши RANGE.

- Установите режим усреднения (вкл/выкл) нажатием клавиши SIGNAL AVG.

- Установите расчет соотношения (вкл/выкл) нажатием клавиши RATIO.

Значения более 40 NTU требуют расчета соотношения.

- Выберите подходящие единицы измерения (NTU, EBC или NEPH) нажатием клавиши UNIRS/EXIT.

- Нажмите SAMPLE чтобы отредактировать номер пробы, показанные на режимном дисплее – с зеленым СИД – (индикатор рядом с клавишей загорится – это значит, что выбран режим SAMPLE).

- Клавишами ↑, ↓ и → редактируется любое значение дисплея, если мигает одна цифра.

- Считайте и запишите результат или нажмите PRINT, чтобы распечатать измеренное значение, единицы измерения, номер пробы, время и дату на внешний принтер или RS232 интерфейс.

Определять мутность нужно сразу после отбора пробы, чтобы предотвратить влияние температуры и оседания частиц на значение мутности образцов.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТ

1. Работать только в халате и на отведенном для этой работы месте.
 2. Строго выполнять требования инструкции по работе с радиоактивными и агрессивными химическими веществами.
 3. Отработанные радиоактивные растворы сливать только в специально предназначенные емкости, а сухие порошки оксидов урана и тория – в специальные сборники.
 4. С концентрированными кислотами и щелочами работать только в вытяжном шкафу.
 5. Пользоваться электрической плиткой только с закрытой спиралью.
1. Для отбора всех видов растворов (радиоактивные, кислоты, щелочи и др.) с помощью пипетки необходимо использовать резиновую грушу.
 2. К работе с приборами допускаются лица, изучившие инструкцию и паспорт к прибору, действующие правила эксплуатации и правила работы с химическими растворами.
 3. Запрещается вскрывать приборы, работать на неисправном оборудовании, оставлять приборы включенными без присмотра.

Основные меры электробезопасности

Источниками опасности при работе на спектрофлуориметрах являются электрический ток, световое излучение высокой интенсивности газоразрядных ртутных ламп. Конструкция спектрофлуориметров исключает возможность прикосновения к не изолированным частям, находя-

щимся под напряжением. Конструкция оптической схемы исключает возможность попадания светового излучения лампы в глаза наблюдателя и окружающих.

К лабораторной работе допускаются студенты, прошедшие инструктаж по технике безопасности, знакомые со схемой работы спектро-флуориметра и получившие допуск к выполнению лабораторной работы.

Для предотвращения поражения переменным током необходимо, чтобы все электроприборы и электрооборудование были надежно заземлены, а само оборудование должно быть в исправном состоянии. С неисправными электроприборами работать **запрещается**.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Основы аналитической химии: учебник в 2 т. / под ред. Ю. А. Золотова. – 5-е изд., стер. – М.: Академия, 2012. – Т. 2. – 2012. – 409 с.:
2. Аналитическая химия тория / Д.И. Рябчиков, Е.К. Гольбрах. – М.: Изд. АН СССР, 1962. – 296 с.

Учебное издание

НЕФЕЛОМЕТРИЯ И ТУРБИДИМЕТРИЯ

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплинам «Методы аналитического контроля производств материалов современной энергетики» для студентов специальности 240501 «Химическая технология материалов современной энергетики»

Составители

Амелина Галина Николаевна
Леонова Лилия Александровна


**Отпечатано в Издательстве ТПУ в полном соответствии
с качеством предоставленного оригинал-макета**

Подписано к печати 00.00.2015. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».
Печать XEROX. Усл. печ. л. 9,01. Уч.-изд. л. 8,16.
Заказ 000-13. Тираж 100 экз.



Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Система менеджмента качества
Издательства Томского политехнического университета сертифицирована
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту BS EN ISO 9001:2008



ИЗДАТЕЛЬСТВО  **ТПУ**, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30
Тел./факс: 8(3822)56-35-35, www.tpu.ru