2. Экспериментальная часть

2.1. Реактивы и оборудование

Реактивы

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Название реактива | Производитель, ГОСТ/ТУ | | |
| Дистиллированная вода |  | | |
| Натрий углекислый «ч» | ОАО «НИИПМ» Москва  ГОСТ 83-79 | | |
| Дизельное топливо | ТАТНЕФТЬ | | |
| Глина |  | | |
| Судан III  Калий двухромовокислый  Аммоний- железо (II) сернокислый | РЕАХИМ  УРАЛХИМИНВЕСТ  РЕАХИМ |  | |
|  | |

Оборудование

Магнитная мешалка с подогревом ПЭ 6110

Шпатель

Трехходовая колба

Стеклянный цилиндр на 100 мл

pH-метр АНИОН 4100

Стеклянный электрод ЭСК-10601

Микрофотоколориметр МКМФ-02

Микроскоп

Apple ipad 3 new

Стеклянный электрод АНИОН 4100

Стеклянная воронка

Фильтровальная бумага

Весы

Стеклянная палочка

2.2 Методики экспериментов

2.2.1. Приготовление насыщенного раствора карбоната натрия

В чистый цилиндр на 1000 мл наливали 600 мл дистиллированной воды. Цилиндр устанавливали на магнитную мешалку с подогревом, включали подогрев. В цилиндр с раствором опускали магнитный сердечник и включали перемешивающее устройство. Затем в цилиндр с раствором порциями добавляли карбонат натрия до окончания процесса растворения. После этого готовый раствор охлаждали, фильтровали и измеряли его pH.

2.2.2. Приготовление двухфазной системы дизельное топливо/ вода

В трехходовую колбу наливали 70 мл дистиллированной воды. Затем в эту же колбу наливали 70 мл дизельного топлива. Встряхивали колбу до образование дисперсной системы и оставляли на 45 минут. По истечению указанного времени отбирали пробу водной фазы. С помощью микрофотоколориметра измеряли оптическую плотность полученного раствора. Затем рассматривали образец раствора под микроскопом, используя увеличение в 1350 раз и в 1500 раз. Фотографировали.

2.2.3. Приготовление трехфазной системы дизельное топливо/ вода/ глина

Гранулы глиняного наполнителя для кошачьих лотков «Кузя» измельчали в ступке до состояния глиняного порошка. Взвешивали на аналитических весах 0,3 г глиняного порошка и помещали в трехходовую колбу. Затем в эту же колбу добавляли 70 мл дизельного топлива, краситель «Судан III, перемешивали содержимое колбы стеклянной палочкой и добавляли 70 мл раствора карбоната натрия или дистиллированной воды. Встряхивали колбу до образования дисперсной системы. Через 40 минут отбирали пробу водной фазы.

2.2.4. Измерение оптической плотности водных растворов

Оптическую плотность водных растворов измеряли на микрофотоколориметре МКМФ-02. В качестве раствора сравнения использовали дистиллированную воду. Раствор сравнения и исследуемый раствор помещали в кюветы толщиной 1 см. До начала исследований выбрали световой фильтр, который обеспечивает максимальное поглощение света растворами. Для этого взяли образец водной фазы двухфазной системы «дизельное топливо – вода» и измерили его оптическую плотность с разными светофильтрами, то есть со светофильтрами с разной длиной волны. Результаты представлены в таблице 2.

Таблица 2

Оптическая плотность водной фазы двухфазной системы «дизельное топливо – вода»

|  |  |
| --- | --- |
| Длина волны светофильтра, нм | Оптическая плотность раствора |
| 458 (синий) | 0,056 |
| 515 (зелёный) | 0,544 |
| 540 (изумрудный) | 0,460 |
| 570 (желто-оранжевый) | 0,356 |
| 610 (красный) | 0,065 |

Как видно из таблицы 2, наибольшая оптическая плотность раствора наблюдалась при использовании светофильтра с длиной волны 515 нм. Поэтому далее при измерении оптической плотности использовали только светофильтр с длиной волны 515 нм.

После этого, брали пробу из второй колбы и измеряли оптическую плотность полученного раствора, используя зеленый фильтр: длина волны = 515; оптическая плотность = 0,013.

2.2.5. Методика фотографирования

После отбирания пробы раствора, брали одну его каплю и помещали на предметное стекло, далее закрывали покровным стеклом. Затем помещали предметное стекло с препаратом эмульсии под микроскоп МИКМЕД-1 (Микроскопы, 2002). Использовали объективы с масляной иммерсией. Наблюдали изображение водной фазы дисперсной системы, увеличенное в 1350 (окуляр с линейкой) и в 1500 раз. Затем с помощью планшета (Apple ipad 3 new) делали фотографию. Разрешение фотографии – 3.0 mega pixels. Объектив фотокамеры всегда находился на одном расстоянии от окуляра, а все сравниваемые в работе фотографии имеют одинаковый размер.

2.2.6. Определение pH водной фазы

Одним из методов измерения pH раствора является ионометрия. Это способ, основанный на определении концентрации ионов в растворе по изменению потенциала ионоселективного мембранного электрода. В качестве твердой мембраны обычно используют тонкие пластинки из малорастворимых и проводящих ток за счет ионов веществ. Один из наиболее часто используемых мембранных электродов – селективный электрод, мембрана которого сделана из трифторида лантана. Также широко используется мембранный электрод из Ag2S.

Мембрана жидких электродов представляет собой тонкую полимерную пленку, пропитанную раствором электропроводного вещества в органическом растворителе. После контакта электрода с раствором, происходит обмен ионами между исследуемым раствором и раствором, находящимся внутри электрода.

В данном исследовании для измерения рН водных растворов использовали pH-метр АНИОН 4100 со стеклянным электродом. Это один из самых широко используемых и давно известных мембранных электродов. Он представляет собой стеклянный сосуд, заполненный 0.1 М раствором соляной кислоты. К нижней части сосуда приделан шарик из стекла особого состава, он и служит мембраной. Во время работы на его поверхности образуется тонкий гидратированный слой стекла специального состава, который обменивается ионами H+, находящимися в исследуемом водном растворе. В раствор погружена серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра, а к ней припаян изолированный, экранированный провод. Данный прибор имеет как положительные, так и отрицательные качества. К положительным можно отнести:

1. Интервал измерения pH от 1 до 12.
2. На его работу не влияют посторонние вещества.
3. Он пригоден для использования в растворах, содержащих сильные окислители и восстановители, а так же катионы металлов.

Единственный его недостаток – стеклянный шарик очень хрупкий, поэтому его не следует вытирать и прикасаться к нему острыми и твердыми предметами. И в целом нужно соблюдать осторожность

рН-метр калибровали по стандартным буферным растворам с рН: 1,65; 4,01; 6.86; 9,18; 12,43. При измерении рН электрод помещали в исследуемый раствор на глубину не менее 1,5 см и ждали установления постоянного значения рН на индикаторе прибора. Установившееся значение записывали. Затеи электрод извлекали из раствора, осторожно обмывали дистиллированной водой, убирали фильтровальной бумагой капли воды с поверхности электрода и до следующего измерения помещали в раствор с рН 1,65.

2.2.7. Определение ХПК водной фазы двухфазных и трехфазных систем

Химическое потребление кислорода (ХПК) – величина, характеризующая содержание в воде органических и минеральных веществ, окисляемых одним из сильных химических окислителей при определенных условиях. Известно несколько видов окисляемости: иодатная, цериевая, бихроматная и перманганатная. Выражается окисляемость в миллиграммах кислорода, затраченного на окисление органических веществ.

В природе состав воды, а именно содержащихся в ней органических соединений, зависит от множества факторов. Одни из самых значимых – продуцирование и трансформация внутри водоема. Поступление воды из других источников: атмосферных осадков, поверхностными истоками, хозяйственными и промышленными сточными водами также является существенным фактором. Образовавшиеся в водоеме органические вещества очень разнообразны между собой по своим химическим свойствам и устойчивости к окислителям. В водоеме они могут находиться в растворенном, коллоидном и взвешенном состоянии. Органические вещества значительным образом влияют на окисляемость воды в условиях, требующихся для выбранного метода определения.

Брали круглодонную мерную колбу на 70 мл и наливали в нее отобранную пробу. Добавляли к ней приготовленный раствор бихромата калия. Брали стеклянный стакан такого размера, чтобы в него поместилась колба, и наливали в него дистиллированной воды. По каплям добавляли концентрированную серную кислоту в колбу и перемешивали стеклянной палочкой. Так как раствор нагревался охлаждали стакан под струёй холодной воды. Также готовили раствор соли Мора и индикатора (раствор фенилантраниловый кислоты). Брали титровальную пипетку и наливали в нее охлажденный раствор из колбы. Добавляли к раствору несколько капель индикатора и раствор соли мора. Проводили титрование: по каплям в подготовленную колбу выливали раствор и помешивали. В результате окраска раствора из тёмно - бурой стала изумрудно – зелёной.