

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«ЮЖНО-УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ГУМАНИТАРНО-ПЕДАГОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Рабочая тетрадь

Челябинск
2017

УДК 543.5(076)

ББК 24.4 6я7

Ф 50

Физико-химические методы анализа [Текст]: рабочая тетрадь / сост. И.Г. Карпенко, Н.М. Лисун. – 2-е изд., испр. и доп. – Челябинск: Изд-во Южно-Урал. гос. гуманитар.-пед. ун-та, 2017. – 89 с.

ISBN 978-5-906908-48-3

Тетрадь включает методику оптических, электрохимических, рефрактометрических и хроматографических методов исследования в соответствии с действующей программой по аналитической химии. При описании работ приводятся краткие теоретические сведения о методах исследования, не включенные в лекционный курс, указания по выполнению лабораторных работ, задания для внеаудиторной работы студентов, вопросы для подготовки к коллоквиуму, список рекомендуемой литературы.

Знания по теории и практике физико-химических методов анализа необходимы для последующего изучения дисциплин профильной направленности (химии окружающей среды, биологической химии, неорганического и органического синтеза), а также будут востребованы при выполнении курсовых и квалификационных работ.

Тетрадь составлена в соответствии с действующей программой по аналитической химии и предназначена для самостоятельной аудиторной и внеаудиторной работы студентов педагогических вузов, обучающихся по профилю «Химия. Биология».

Рецензенты: С.В. Штин, канд. хим. наук, доцент

А.А. Сутягин, канд. хим. наук, доцент

ISBN 978-5-906908-48-3

© И.Г. Карпенко, Н.М. Лисун, составление,
2017

© Издательство Южно-Уральского государственного гуманитарно-педагогического университета, 2017

ВВЕДЕНИЕ

Рабочая тетрадь по физико-химическим методам анализа является необходимой составной частью учебного комплекса по аналитической химии. В процессе выполнения лабораторных работ особое внимание обращается на получение студентами навыков самостоятельной работы в химической лаборатории. Опыт лабораторных работ, приобретенный в ходе лабораторного практикума по аналитической химии в разделе «Физико-химические методы анализа», дает возможность успешно выполнять задания последующих дисциплин химического блока. Все работы, включенные в сборник, многократно воспроизведены. Это дает возможность сопоставлять полученные результаты с теоретически ожидаемыми, оценивать тщательность работы студентов и уровень их подготовки.

Рабочая тетрадь включает лабораторные работы с использованием электрохимических, оптических и хроматографических методов анализа, вопросы к коллоквиумам и итоговой конференции.

Такая структура позволяет сформировать у студентов представление о современных методах анализа, развить навыки определения количественного состава вещества, умения оценивать достоверность полученных результатов.

Задачи лабораторных работ по инструментальному анализу:

1. Получить новые знания, расширить и закрепить знания, ранее полученные студентами при изучении физики, физической химии, качественного и количественного химического анализа.
2. Приобрести практические навыки работы с приборами и оборудованием: фотоколориметром, иономером (потенциометром), ионообменной колонкой.
3. Практиковаться в применении теоретических положений при решении конкретных практических задач.
4. Научиться критически оценивать результаты анализа и делать выводы по проведенным экспериментальным работам.

ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

При выполнении лабораторных работ необходимо:

1. Соблюдать правила внутреннего распорядка в лаборатории.
2. Соблюдать правила техники безопасности при работе с электроприборами и реактивами в химической лаборатории.
3. До выполнения лабораторной работы необходимо внимательно прочитать методические указания по выполняемой работе, ознакомиться с правилами работы на приборах.
4. При пользовании приборами руководствоваться прилагаемыми к ним инструкциями.
5. Для каждого метода анализа необходимо знать его обоснование, сущность, теоретические основы, условия, способы расчёта концентраций, возможности и практическое применение, достоинства и недостатки.
6. По окончании работы сдать результаты преподавателю, материалы и рабочее место – дежурному или лаборанту.

ИНСТРУКЦИЯ ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ЭЛЕКТРОПРИБОРАМИ И ХИМИЧЕСКИМИ РЕАКТИВАМИ

1. Запрещается:
 - работать с незаземлёнными приборами;
 - оставлять включённый прибор без присмотра;
 - перемещать включённый прибор;
 - работать вблизи открытых токонесущих частей прибора;
 - включать и выключать прибор мокрыми руками;
 - менять элементы в схеме работающих установок;
 - выносить вещества из учебной аудитории;
 - пробовать вещества на вкус; принимать пищу в химической лаборатории;
 - проводить опыты, не предусмотренные планом работы.
2. В случае перерыва в подаче электроэнергии немедленно выключить электроприбор.
3. В случае возгорания проводов или электроприбора необходимо немедленно их обесточить и гасить огонь при помощи сухого огнетушителя, одеяла из асбеста или песка (*но не водой!*).
4. Работу с вредными ядовитыми газами, огнеопасными и взрывчатыми веществами, выпаривание и прокаливание летучих соединений проводить только в вытяжном шкафу.
5. При воспламенении летучих жидкостей засыпать их песком, затем песок удалить, поверхность промыть.
6. В случае поражения током немедленно обесточить лабораторию, вызвать скорую помощь, оказать пострадавшему первую помощь и сообщить заведующему кафедрой.
7. В случае ожога (нагретым предметом или пламенем) обожжённое место обработать раствором перманганата калия, смазать синтомициновой эмульсией (из аптечки).
8. При попадании на кожу брызг кислоты или щёлочи, необходимо тотчас смыть их большим количеством воды. Затем поражённый участок кожи обработать раствором пищевой соды (в случае попадания кислоты) или раствором борной кислоты (в случае попадания щёлочи).

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ МЕТОДОМ ЭКСТРАКЦИИ

Лабораторная работа 1

Разделение катионов методом экстракции. Анализ смеси катионов Hg^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+}

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Капельная воронка на 5 мл
Пробирки
Коническая колба на 50 мл
Пипетка
Штатив
Пробки для пробирок

Четыреххлористый углерод
Раствор дитизона в CCl_4
Универсальный индикатор
Серная кислота 1 М
Иодид калия 1 М
Раствор аммиака 2 М
Растворы солей Hg^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+}
Ацетат натрия
Тиосульфат натрия (крист.)
Соляная кислота 2 М

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Предварительные испытания

Для предварительных испытаний брать 3-5 капель индивидуальных растворов солей.

1. Обнаружение $\text{Hg}(\text{II})$



Рис. 1
Распределение
водной
и органической фаз

Для обнаружения Hg^{2+} в 3-5 каплях водной фазы проверить рН, который должен быть равен **1-2**.

Добавить **5** капель CCl_4 и **1** каплю раствора дитизона в четыреххлористом углероде.

Закрывать пробирку и встряхивать в течение **2** минут.

В присутствии Hg^{2+} органическая фаза окрашивается в оранжево-красный цвет.

Показать на рисунке 1 распределение водной и органической фаз.

Пробирку с реакционной смесью оставить в качестве «свидетеля» для последующей работы.

2. Обнаружение Zn (II)

К нескольким каплям раствора соли цинка прибавить по каплям 2 М водный раствор NH_3 до pH **5–6**, внести **5** капель CCl_4 , **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать пробирку пробкой и энергично встряхивать **2-3** мин.

В присутствии Zn^{2+} органическая фаза окрашивается в малиново-красный цвет.

Пробирку с реакционной смесью оставить в качестве «свидетеля».

3. Обнаружение Cd (II)

К 3-5 каплям раствора соли кадмия прибавить по каплям 2 М водный раствор NH_3 до pH **5–6**, внести **5** капель CCl_4 , **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать пробирку пробкой и энергично встряхивать **1** мин.

В присутствии Cd^{2+} органическая фаза окрашивается в красный цвет.

Пробирку с реакционной смесью оставить в качестве «свидетеля».

Изобразить структурную формулу дифенилтиокарбазона (дитизона):

Дитизон	
---------	--

К какому типу экстрагируемых соединений относятся дитизонаты данных металлов?

Анализ смеси катионов Hg^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+}

Вариант _____

1. Обнаружение и отделение Hg^{2+}

В водном растворе прежде всего обнаруживают $\text{Hg}(\text{II})$, поскольку Hg^{2+} мешает обнаружению Zn^{2+} и Cd^{2+} .

Для этого **2-3** капли водной фазы перенести в пробирку (pH **1–2**), добавить **5** капель CCl_4 и **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать пробирку пробкой и встряхивать **2** мин. В присутствии $\text{Hg}(\text{II})$ органическая фаза окрашивается в оранжево-красный цвет (сравнить с цветом «свидетеля»).

Наличие ртути: _____

Если Hg^{2+} присутствует, половину выданного раствора перенести в капельную воронку, добавить **7-8** капель CCl_4 и **2-3** капли раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать воронку пробкой и встряхивать **2** минуты (органическая фаза в присутствии Hg^{2+} окрашена в оранжево-красный цвет).

После расслаивания фазы разделить, сливая органическую фазу в колбочку с помощью делительной воронки.

Примечание. Для подтверждения присутствия Hg^{2+} , реэкстрагировать ее в течение **1-2** минут из органической фазы раствором: **20** капель **1 М** KI и **3-4** капли **1 М** H_2SO_4 .

В реэкстракте обнаружить ртуть реакцией с дитизоном: в пробирке к **4-5** каплям реэкстракта добавляют водный раствор NH_3 до рН **8**, прибавить **5** капель CCl_4 и **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 . Встряхивать **1-2** мин. Оранжево-красный цвет органической фазы указывает на присутствие дитизоната ртути.

2. Обнаружение и отделение Zn^{2+}

К **2-3** каплям водной фазы (см. п. 1), предположительно содержащей Zn^{2+} и Cd^{2+} , добавляют каплю раствора CH_3COONa (до рН **4-5**), твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (**1/2** шпателя) для образования комплексного соединения Cd^{2+} , **5** капель CCl_4 , каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывают пробирку пробкой и встряхивают **1-2** мин. В присутствии цинка органическая фаза окрашивается в малиново-красный цвет (сравнить с цветом «свидетеля»).

Наличие цинка: _____

Если цинк присутствует, то ко всей водной фазе в делительной воронке добавляют раствор CH_3COONa до рН **4-5**, твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (**1/2** шпателя), **7-8** капель CCl_4 , **3-5** капель дитизона в CCl_4 .

Закрывают воронку пробкой и встряхивают **3** мин.

После расслаивания фазы разделяют с помощью делительной воронки.

Органическая фаза содержит

Водная фаза –

3. Обнаружение Cd^{2+}

Несколько капель (3-5) водной фазы (см. п. 2) переносят в пробирку, добавляют **1** каплю **2 М** HCl , **2 М** NH_3 до рН **3**, **5** капель CCl_4 , **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывают пробирку пробкой и энергично встряхивают **1-2** мин. В присутствии Cd (II) органическая фаза окрашивается в красный цвет.

Полученную окраску сравнивают с контрольным опытом, который готовят следующим образом: к нескольким каплям воды добавляют **1** каплю **2 М** HCl , **1-3** капли раствора CH_3COONa до рН **5**, твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (**1/4** шпателя), раствор NH_3 до рН **8**, **5** капель CCl_4 , **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывают пробирку пробкой и встряхивают в течение **1-2** мин.

Наличие кадмия: _____

Вывод: *в исследуемом растворе содержатся ионы* _____

РАЗДЕЛЕНИЕ И АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ. ХРОМАТОГРАФИЯ НА БУМАГЕ

Создателем метода является русский учёный М.С. Цвет (1903 г.), впервые разделивший на колонке, заполненной карбонатом кальция, растительный пигмент хлорофилл на отдельные компоненты.

Хроматографические методы основаны на различном распределении компонентов смеси между двумя несмешивающимися фазами (подвижной и неподвижной) в результате многократно повторяющихся динамических сорбционных и десорбционных процессов.

Хроматографический анализ состоит из следующих этапов:

1. Отбор и подготовка проб.
2. Введение пробы в хроматографическую систему.
3. Хроматографирование.
4. Регистрация хроматограммы.
5. Обработка хроматограммы.
6. Расчёт результатов.

Распределительная бумажная хроматография – это метод разделения и обнаружения компонентов смеси, основанный на их распределении между двумя несмешивающимися жидкими фазами, одна из которых неподвижна и нанесена на хроматографическую бумагу.

Носителем (сорбентом) является специальная бумага квалификации «для хроматографии». Сорты бумаги отличаются плотностью и, следовательно, способностью впитывать растворитель и обеспечивать его продвижение по бумаге: быстро- (марка «Б»), средне- (марка «С») и медленно-фильтрующая (марка «М»).

Можно использовать обычную плотную фильтровальную бумагу с содержанием влаги до 20 %, что является вполне достаточным количеством в том случае, если неподвижной фазой служит вода, а подвижной – несмешивающийся с водой органический растворитель.

Принцип: на полоску бумаги наносят небольшую порцию анализируемого раствора, затем элюируют компоненты подходящим растворителем или смесью растворителей. Растворитель анализируемого раствора, закрепляясь на полосках бумаги, выполняет роль неподвижной жидкой фазы, а подвижной жидкой фазой является элюент.

Для проведения анализа бумагу разрезают на полосы, длина которых приблизительно равна высоте камеры, а ширина ориентировочно определяется по формуле

$$A = 3 \cdot (K + 1), \quad (1)$$

где A – ширина полосы (см), K – количество наносимых проб.

Особенности хроматографии на бумаге:

- хроматографирование проводится в стеклянных хроматографических камерах, цилиндрах, пробирках с пришлифованными крышками, пробками, чашке Петри;
- при использовании камеры растворитель помещают в специальный сосуд – лодочку. Камера снабжается устройством для закрепления листа хроматографической бумаги в рабочем положении и для ввода в лодочку подвижной фазы.

Лабораторная работа 2
Разделение смеси катионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} методом
бумажной хроматографии и качественное их определение
(нисходящая хроматография)

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Колонка для хроматографии

Бумага для хроматографии № 2 и № 3

Коническая колба с притертой пробкой

Микропипетка

Линейка

Графитовый карандаш

Кисточки для проявления (ватные тампоны, стеклянная палочка) или пульверизаторы

Растворитель: изоамиловый спирт, ацетон, HCl ($\rho = 1,175$) в объемном отношении 40:50:10

Проявители: $K_4[Fe(CN)_6]$ (раствор), Реактив Чугаева, KCNS (насыщенный раствор).

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Приготовление растворителя

Растворитель готовится дежурными из расчета 20–25 мл на колонку в конической колбе с притертой пробкой.

Сделать расчет для приготовления растворителя объемом _____ мл.

Изобразить структурные формулы веществ:

Изоамиловый спирт	
Ацетон	

Растворитель готовится в вытяжном шкафу при включенной тяге. Объем реагентов отмеряется мерным цилиндром. После приготовления колбу с растворителем плотно закрыть, мерный цилиндр вымыть.

2. Подготовка к хроматографированию

Отрезать полоску хроматографической бумаги размером 3 x 55 см, отметить графитовым карандашом линию старта на расстоянии 8 см от одного из концов полоски.

В центре этой линии при помощи микропипетки нанести ~0,02 мл исследуемого раствора в несколько приемов, каждый раз подсушивая каплю над электрической плиткой. Диаметр капли не должен превышать 3 мм.

Далее полоску строго вертикально закрепить стеклянной палочкой в кювете с растворителем хроматографической колонки так, чтобы пятно не касалось стенки кюветы. Колонку герметически закрыть крышкой, обвязать полиэтиленовой пленкой.

3. Собственно хроматографирование

Оставить хроматограмму для разгонки не более чем на сутки.

Через 12–24 часа (после опускания по бумаге растворителя ~ на 25 см) полоски вынуть из колонок, **отметить простым карандашом линию фронта растворителя.**

Полоски высушить, развесив их в вытяжном шкафу.

4. Проявка хроматограммы

Проявитель наносить кисточкой (ватным тампоном, закрепленным на стеклянной палочке), проводя ей поперек полоски бумаги. Кисточка должна быть не слишком мокрой, чтобы избежать размывания пятна. Начинать поочередное нанесение проявителей с противоположных концов полоски. Удобно наносить проявители пульверизатором.

Написать уравнения реакций, применяющихся при проявке данных ионов, и аналитические сигналы.

Fe³⁺:

Cu²⁺:

Co²⁺:

Ni²⁺:

Далее карандашом отметить контур каждого пятна, указать его центр.

5. Результаты эксперимента

Вычислить относительную скорость движения каждого катиона по формуле:

$$R_f = \frac{H_f}{H_p}, \quad (2)$$

где: R_f – коэффициент хроматографической подвижности (относительная скорость движения катиона);

H_1 – расстояние, пройденное катионом от линии старта до центра пятна;

H_p – расстояние, пройденное фронтом растворителя.

Результаты занести в таблицу 1. Сравнить полученные результаты с табличными значениями (см. справочник). _____

Таблица 1

Коэффициенты хроматографической подвижности ионов

Катионы	H_1 , см	H_p , см	R_f (эксперимент.)	R_f (справочник)
Fe^{3+}				
Cu^{2+}				
Co^{2+}				
Ni^{2+}				

Сделать вывод о точности данного метода определения ионов.

Школьный вариант лабораторной работы 2

Разделение смеси катионов методом восходящей бумажной хроматографии

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Стакан на 500 мл без «носика» для хроматографии

Бумага для хроматографии № 2

Коническая колба с притертой пробкой

Микропипетка

Линейка

Графитовый карандаш

Кисточки для проявления (ватные тампоны, стеклянная палочка) или пульверизаторы

Растворитель: этанол и 25%-ый аммиак в объемном отношении 1:5

Проявители: $K_4[Fe(CN)_6]$ (раствор), Реактив Чугаева, KCNS (насыщенный раствор)

ХОД РАБОТЫ

1. Для разделения используется смесь солей, содержащая два из перечисленных ионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} .

Вариант № _____. Смесь содержит _____

2. Приготовить элюент – смесь 25%-го аммиака с этанолом в соотношении 5:1. Объем готового элюента должен составлять ~ 20–25 мл.

Сделать расчет объема смешиваемых растворов.

$V(\text{р-ра NH}_4\text{OH}) : V(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 5 : 1$	
$V(\text{р-ля}) = 24 \text{ мл}$	
$V(\text{р-ра NH}_4\text{OH}) = ?$	
$V(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = ?$	

Растворитель готовится в вытяжном шкафу при включенной тяге. Объем реагентов отмеряется мерным цилиндром. После приготовления колбу с растворителем плотно закрыть, мерный цилиндр вымыть.

3. На полоске хроматографической бумаги № 2 размером **3 x 20 см** отметить графитовым карандашом линию старта на расстоянии **2 см** от одного из концов полоски.

4. В центре этой линии нанести стеклянным капилляром пятно раствора, содержащего смесь ионов. Капилляром необходимо коснуться полоски **5–8** раз, каждый раз подсушивая пятно над плиткой, причем размер пятна не должен превышать **3 мм** в диаметре.

5. Полоску внести в стакан линией старта книзу, укрепить ее вертикально, загнув край. Залить элюент так, чтобы пятно не погружалось в жидкость. Закрыть стакан покровным стеклом или чашкой Петри.

6. Через некоторое время растворитель проходит по полоске. Необходимо, чтобы фронт растворителя (расстояние, которое растворитель прошел по полоске) не доходил до конца полоски.

7. Извлечь хроматограмму, подсушить на воздухе и смочить из пульверизатора раствором проявителя. Отметить окраску пятен. Написать уравнения аналитических реакций.

8. После подсушивания отметить контур каждого пятна, указать его центр и вычислить R_f .

9. Результаты эксперимента занести в таблицу 2.

Сравнить полученные результаты с табличными значениями (см. справочник)

Таблица 2

Коэффициенты хроматографической подвижности ионов

Катионы	Окраска пятна	H_i , см	H_p , см	R_f (эксперимент)	R_f (справочник)

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ КАК ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Данное определение основано на измерении разности потенциалов, возникающих на поверхности тонкой стеклянной мембраны, разделяющей два раствора с различной концентрацией ионов водорода, с помощью двух электродов: хлорсеребряного и стеклянного.

Составляют цепь:



$$\text{ЭДС} = E^{\circ}(AgCl/Ag, Cl^-) - E_{СТЕКЛ} \quad (3)$$

Потенциал системы определяется мерой активности ионов водорода во внешнем растворе:

$$E_{СТЕКЛ} = K + 0,059 \cdot \lg a(H^+) = K - 0,059pH; \quad (4)$$

$$\text{отсюда: } pH = \frac{\text{ЭДС} - E_{AgCl, Ag^0, Cl^-} + K}{0,059}; \quad (5)$$

где $E^{\circ}(AgCl/Ag, Cl^-) = 0,201В$;

K – константа, неизменная во всех измерениях.

Из-за неопределенности величины K значение pH определяют экспериментально, предварительно калибруя стеклянный электрод по стандартным буферным растворам с известным pH .

Лабораторная работа 3

Прямое потенциометрическое определение концентрации ионов водорода и pH растворов. Изучение буферного действия ацетатной буферной смеси

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Электронный потенциометр

Электрод сравнения – хлорсеребряный

Индикаторный электрод – стеклянный

Мерные колбы на 1 л – 3 шт.

Мерные колбы на 100 мл – 3 шт. на человека

Химические стаканы: 300 мл, 50 мл

Мерные цилиндры на 100 мл

Пипетки Мора на 10 мл

Бюретки

Фиксаналы NaOH, HCl, CH₃COOH

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Приготовление стандартных растворов (А)

Растворы А готовят в мерных колбах на 1 л из фиксаналов.

На 10 человек: NaOH 0,1 Н – 2 л;

HCl 0,1 Н – 1 л;

CH₃COOH 0,1 Н – 2 л.

а) NaOH

Исходный раствор А (NaOH 0,1 Н).

Раствор В (NaOH 0,01 Н): 10 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия поместить в мерную колбу вместимостью 100 см³, довести дистиллированной водой почти до метки, перемешать, довести до метки.

Раствор С (NaOH 0,001 моль/дм³): разбавить водой 10 см³ раствора В в мерной колбе вместимостью 100 см³.

Раствор D (NaOH 0,0001 моль/дм³): разбавить водой 10 см³ раствора С в мерной колбе вместимостью 100 см³.

б) HCl

в) CH₃COOH

Растворы (А, В, С, D) этих кислот готовят аналогично растворам гидроксида натрия.

2. Приготовление буферного раствора

Готовят в стакане на 300 мл, используют мерные цилиндры.

Смешать 100 см³ 0,1 моль/дм³ раствора уксусной кислоты и 50 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия.

3. Измерение рН

Электроды перед каждой сменой растворов промывать дистиллированной водой, высушивать (промокнуть) фильтровальной бумагой; следить, чтобы электроды не касались дна стакана, но были бы погружены в раствор ≈ на 2 см.

Работа на электронных приборах:

1) на столике магнитной мешалки заменить стакан с дистиллированной водой на стакан с исследуемым раствором,

2) погрузить в него электроды,

3) дождаться относительно стабильных показаний.

Стандартные растворы А, В, С и D гидроксида натрия, хлороводородной и уксусной кислот поочередно вносить в стакан, в который помещен стеклянный электрод и электрод сравнения, записывать показания прибора. После каждого измерения промывать стакан и электроды дистиллированной водой.

Поместить стакан на столик магнитной мешалки, установить прибор в положение рХ и измерить рН.

Результаты занести в таблицу 3 (к работе приложить лист с выполненными расчетами теоретического значения рН в исследуемых растворах).

Результаты измерения pH стандартных растворов

Растворы	0,1 М (А)		0,01 М (В)		0,001 М (С)		0,0001 М (D)	
	опыт	расчет	опыт	расчет	опыт	расчет	опыт	расчет
NaOH								
HCl								
CH ₃ COOH								

По измеренному значению pH рассчитать активную концентрацию ионов водорода (моль/дм³) и кажущуюся степень диссоциации электролитов при температуре лаборатории. Сравнить результаты со справочными данными. Расчеты приложить к работе.

4. Изучение буферного действия

Аналогичным образом измерить pH буферного раствора и дистиллированной воды, а также растворов, полученных добавлением 1–2 см³ (V) 0,1 моль/дм³ растворов хлороводородной кислоты или гидроксида натрия как к буферному раствору, так и к дистиллированной воде объемом 20 мл. Результаты записать в таблицу 4.

Рассчитать ожидаемые значения pH вышеуказанных систем (с раскрытием химизма) и занести в таблицу 4. Расчеты приложить к работе.

Таблица 4

Результаты измерения pH систем

Растворы (V = _____мл)	Измеренное значение pH	Рассчитанное значение pH
Буферный раствор БФ		
Вода дистиллированная		
Буферный раствор + V 0,1 М HCl		
Вода дистиллир. + V 0,1 М HCl		
Буферный раствор + V 0,1 М NaOH		
Вода дистиллир. + V 0,1 М NaOH		

5. Определение буферной ёмкости раствора

Собрать установку, состоящую из магнитной мешалки, на которой установлен стакан с якорьком, в который погружены электроды потенциометра ниже уровня жидкости, и бюретки, носик которой погружен в стакан выше уровня жидкости.

Добавить к 50 см³ буферного раствора из бюретки порциями по 4 капли 0,1 моль/дм³ растворы HCl или NaOH до тех пор, пока pH системы не изменится на единицу.

Зафиксировать суммарный объём раствора хлороводородной кислоты или гидроксида натрия.

Рассчитать ожидаемые значения добавленного объема электролитов (с раскрытием химизма) и занести в таблицу 5. Расчеты приложить к работе.

Готовят исследуемый раствор дежурные в мерной колбе на 500 мл.

2. Заполнить бюретку раствором титранта.

3. В стакан для титрования отобрать пипеткой аликвотную часть исследуемого раствора (10 мл).

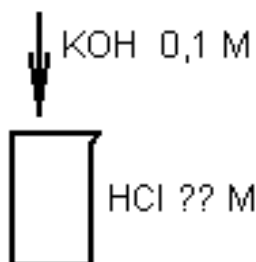


Рис. 2
Схема титрования

4. Разбавить таким количеством дистиллированной воды, чтобы стеклянный электрод был погружен в раствор.

5. Включить мешалку и провести ориентировочное титрование (схему титрования см. рис. 2), прибавляя раствор титранта порциями по 1 мл, записывать результат изменения рН после каждого добавления титранта.

По показаниям табло рН-метра зафиксировать скачок рН, отвечающий оттитровыванию HCl.

6. Выполнить точное титрование новой аликвотной порции раствора в тех же условиях, прибавляя в области скачка по 4 капли титранта.

Результаты потенциометрического титрования занести в таблицу 6.

Таблица 6

Результаты потенциометрического титрования

Ориентировочное титрование			Точное титрование		
Объем NaOH, мл	Показание рН-метра, рН	ΔрН	Объем титранта, капли	Показание рН-метра, рН	ΔрН
5	_____	_____	_____,5 мл	_____	_____
6	_____	_____	+4 к	_____	_____
7	_____	_____	+8 к	_____	_____
8	_____	_____	+12 к	_____	_____
9	_____	_____	+16 к	_____	_____
10	_____	_____	+20 к	_____	_____
11	_____	_____	+24 к	_____	_____
12	_____	_____	(_____ мл)	_____	_____

Начало точного титрования – на 1 мл меньше середины области «скачка» в ориентировочном титровании – _____,5 мл.

Например, «скачок» титрования произошел между прибавлениями 5 и 6 мл титранта. Начало точного титрования будет: $5,5 - 1 = 4,5$ мл добавленного титранта.

Конец точного титрования (см. шкалу бюретки) – _____ мл.

7. По результатам титрования вычислить содержание определяемого компонента HCl.

8. Рассчитать массу HCl в порции исследуемого раствора, определить молярную концентрацию исследуемого раствора по формулам:

$$V_3 = \frac{V_2 - V_1}{\text{число капель}} = \frac{\dots\dots - \dots,5}{24} =$$

$$V(\text{NaOH}) = V_1 + \left(m + \frac{n}{2}\right) \cdot V_3 =$$

где: V_1 – объем титранта 0,1 М КОН (начало точного титрования);

V_2 – объем титранта 0,1 М КОН (конец точного титрования);

V_3 – объем 1 капли раствора 0,1 М КОН;

m – количество капель до начала «скачка» в точном титровании;

n – количество капель одной приливаемой порции в точном титровании.

9. Вычислить относительную ошибку опыта в процентах по формуле:

$$D = (C_{\text{М ТЕОР}} - C_{\text{М ЭКСПЕР}}) : C_{\text{М ТЕОР}} =$$

Сравнить точность определения химическим методом (каким? _____) и потенциометрическим.

В чем преимущество потенциометрического метода анализа?

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ КАК ОПТИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Метод основан на измерении интенсивности буро-красной окраски растворов, образующихся при взаимодействии Ni^{2+} с диметилглиоксимом в щелочных растворах в присутствии окислителя.

В качестве окислителей могут применяться I_2 , Br_2 , персульфат аммония, H_2O_2 .

В условиях проведения реакции происходит окисление Ni^{2+} , вероятно, до Ni^{3+} .

Определение состава соединений указывает на соотношение $\text{Ni} : \text{дитизон} = 1 : 3$. Для соединения, образующегося в присутствии щелочи, при $\lambda = 470 \text{ нм}$ $\epsilon = 1,3 \cdot 10^4$.

Определению мешают вещества, имеющие собственную окраску и катионы, образующие гидроксиды в щелочной среде.

Лабораторная работа 5

Фотоколориметрическое определение хлорида кобальта

Метод основан на измерении количества поглощённого полихроматического излучения раствором хлорида кобальта (определение по собственной окраске).

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ $M(\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = \underline{\hspace{2cm}}$ г/моль

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр (КФК-3-01, КФК-3)

Пипетки мерные

Колбы мерные емкостью 25 мл – 5 шт. на человека

Мерные пипетки 1, 5 мл

Пипетки Мора на 5, 10 мл

Мерные колбы на 100 мл – 1 шт. на человека.

H_2SO_4 2 Н

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ кристаллический

ПОРЯДОК РАБОТЫ

1. Изучение методики измерений на приборе.
2. Выбор светофильтра или аналитической длины волны.
3. Выбор кюветы.
4. Построение калибровочного графика (зависимость оптической плотности от концентрации).
5. Определение концентрации исследуемого раствора.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Приготовление 10%-ого раствора хлорида кобальта

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$\omega(\text{CoCl}_2) = 10 \%$	
$V(\text{р-ра } \text{CoCl}_2) = 100 \text{ мл}$	
$\rho(\text{р-ра } \text{CoCl}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г/мл}$	
$m(\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}) = ?$	

Приготовить стандартный раствор из точной навески в мерной колбе на 100 мл.

Взвесить тигель на аналитических весах. На технических весах взять грубую навеску.

На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

Точную навеску кристаллогидрата хлорида кобальта перенести в мерную колбу на 100 см³, растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, перемешать и довести водой до метки.

2. Приготовление эталонных растворов

В пять пронумерованных мерных колб вместимостью 25 см³ внести пипеткой 2, 4, 6, 8, 10 см³ приготовленного 10%-го раствора хлорида кобальта, прибавить 1 см³ 2 Н раствора серной кислоты, перемешать и довести объём водой до метки.

3. Расчет массовой доли хлорида кобальта в эталонных растворах

4. Выбор аналитической длины волны

Измерить оптическую плотность эталонного раствора № 3 на фотоколориметре в кювете толщиной 1 см относительно раствора сравнения при разных длинах волн. В качестве раствора сравнения использовать дистиллированную воду.

Провести два параллельных измерения, результаты которых занести в таблицу 7.

Таблица 7

Зависимость оптической плотности от длины волны

λ , нм	A_1	A_2	$A_{\text{СРЕДНЕЕ}}$
315			
364			
400			
440			
490			
540			
590			
610			
630			

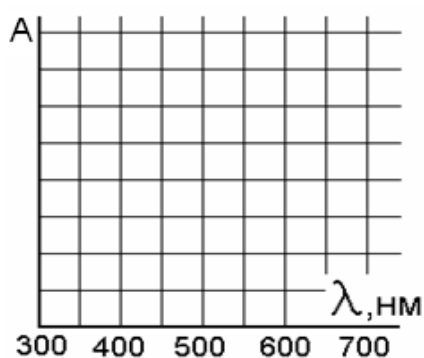


Рис. 3
Зависимость оптической плотности от длины волны

По полученным данным построить график зависимости оптической плотности раствора от длины волны (см. рис. 3). Для дальнейшей работы выбирают ту длину волны $\lambda_{\text{МАХ}}$, при которой наблюдается максимум оптической плотности.

($\lambda_{\text{МАХ}} = \underline{\hspace{2cm}}$ нм).

5. Выбор кюветы

Кюветы, начиная с самой маленькой, наполняют раствором № 5 из эталонной серии (содержит наибольшую концентрацию определяемого компонента) и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре.

Значение оптической плотности должно находиться в пределах **0,2–0,8**.

Если значение оптической плотности больше, чем 0,8, то берут кювету меньшего размера. Если значение оптической плотности меньше 0,2, то берут кювету большего размера.

Оптическая длина слоя – _____ мм.

6. Измерение оптических плотностей эталонных растворов

Измеряют оптическую плотность приготовленных эталонных растворов в кювете толщиной 1 см при выбранной аналитической длине волны относительно раствора сравнения, проводят два параллельных измерения и заносят результаты в таблицу 8.

Таблица 8

Оптические характеристики эталонных растворов хлорида кобальта

№ раствора	ω %	A_1	A_2	A_{CP}	ϵ_i
1					
2					
3					
4					
5					

Вывести формулу и рассчитать удельный коэффициент поглощения для каждого эталонного раствора по закону Бугера–Ламберта–Бера:

Закон Бугера–Ламберта–Бера: _____, где

A –

ω –

l –

ϵ –

Вывести формулу для расчета и рассчитать по ней удельный коэффициент поглощения для каждого из растворов серии.

$e_1 =$

$e_2 =$

$e_3 =$

$e_4 =$

$e_5 =$

Из пяти рассчитанных значений удельных коэффициентов поглощения найти среднее значение.

$e_{CP} =$

7. Построение градуировочного графика

По данным таблицы 5 на миллиметровой бумаге построить градуировочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию растворов ω (%), а на оси ординат – оптическую плотность A . График приложить к работе.

8. Определение концентрации хлорида кобальта в растворе

Точный объём раствора **10 мл** (индивидуальное задание) поместить в мерную колбу вместимостью 25 см^3 , прибавить 1 см^3 2 Н раствора серной кислоты, перемешать, довести объём водой до метки.

Измерить оптическую плотность полученного раствора.

$A_1 =$ _____ $A_2 =$ _____ $A_3 =$ _____ $A_{CP} =$ _____

А. По градуировочному графику находят концентрацию ω (%) анализируемого раствора.

$\omega(\text{разведения}) =$

Рассчитать ω анализируемого раствора.

Б. Рассчитать концентрацию анализируемого раствора по значению удельного коэффициента поглощения e по закону Бугера–Ламберта–Бера.

В. Рассчитать концентрацию анализируемого раствора по способу добавок стандарта, используя экспериментальные данные эталонного раствора № 5 ($A_{Ст}$, $C_{Ст}$).

Сделать вывод, каким из способов удобнее пользоваться при разовых и серийных определениях.

Лабораторная работа 6
Определение никеля диметилглиоксимом в присутствии окислителей,
в отсутствии посторонних ионов

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектродиметр (КФК-3-01, КФК-3)

Пипетки мерные

Колбы мерные емкостью 50 мл – 6 шт.

Диметилглиоксим 1%-й раствор в 20 % щелочи (свежеприготовленный)

Стандартный раствор никеля, содержащий 0,1 мг Ni в 1 мл. Раствор с содержанием 0,01 мг в 1 мл готовят разбавлением индивидуально.

NiSO₄ · 7 H₂O кристаллический

I₂ 0,05 моль/л раствор

ПОРЯДОК РАБОТЫ

1. Изучение методики измерений на приборе.
2. Выбор светофильтра или аналитической длины волны.
3. Выбор кюветы.
4. Построение калибровочного графика (зависимость оптической плотности от концентрации).
5. Определение концентрации исследуемого раствора.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Приготовление эталонных растворов

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$T(\text{Ni}^{2+}) = 0,1 \text{ мг/мл}$	
$V(\text{р-ра NiSO}_4) = 1 \text{ л}$	
$m(\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O}) = ?$	

Приготовить стандартный раствор из точной навески в мерной колбе на 1 л (готовят дежурные).

Взвесить тигель на аналитических весах, довести до постоянной массы в сушильном шкафу. На технических весах взять грубую навеску. На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

Стандартный раствор соли никеля разбавить в десять раз (в мерную колбу на 100 мл внести 10 мл и довести до метки дистиллированной водой).

Для приготовления эталонных растворов берут 5 мерных колб емкостью 50 мл, вводят в каждую 20 мл дистиллированной воды.

В каждую колбу внести соответственно 2, 4, 6, 8 и 10 мл полученного рабочего раствора.

Далее в каждую колбу внести 0,5 мл раствора I_2 , 0,5 мл диметилглиоксима и объем довести до метки дистиллированной водой.

Растворы оставляют на 10 минут для завершения реакции.

Рассчитать содержание никеля в каждом из эталонных растворов.

Привести пример расчета титра никеля в одном из эталонных растворов.

Вывести формулу пересчета для молярной концентрации никеля. Привести пример расчета молярной концентрации никеля в одном из эталонных растворов.

Данные внести в таблицу 9.

Содержание никеля в эталонных растворах

№ колбы	1	2	3	4	5
Объем добавленного раствора с титром Ni^{2+} 0,01 мг/мл, мл	2	4	6	8	10
Масса введенного Ni^{2+} , мг					
Титр Ni^{2+} в эталонном растворе, мг/мл					
$C_M(\text{Ni}^{2+})$ в эталонном растворе, моль/л					

2. Выбор аналитической длины волны (КФК-3)

Измеряют оптическую плотность эталонного раствора № 3 на фотоколориметре относительно раствора сравнения (дистиллированной воды) при разных длинах волн (светофильтрах).

Результаты заносят в таблицу 10.

Таблица 10

Зависимость оптической плотности от длины волны

№ светофильтра	λ светофильтра, нм	D
1	315	
2	364	
3	400	
4	440	
5	470	
6	490	
7	540	
8	590	
9	610	

По полученным данным строят график зависимости оптической плотности раствора от длины волны (рис. 4).

Для дальнейшей работы выбирают ту длину волны, при которой наблюдается максимум оптической плотности: ($\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$ нм).

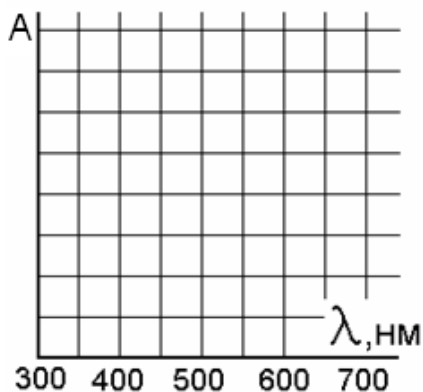


Рис. 4
Зависимость оптической плотности от длины волны

3. Выбор кюветы

Кюветы, начиная с самой маленькой, наполняют раствором № 5 из эталонной серии (содержит наибольшую концентрацию определяемого компонента) и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре.

Значение оптической плотности должно находиться в пределах **0,2–0,8**.

Если значение оптической плотности больше, чем 0,8, то берут кювету меньшего размера. Если значение оптической плотности меньше 0,2, то берут кювету большего размера.

Оптическая длина слоя – $\underline{\hspace{2cm}}$ мм.

4. Построение градуировочного графика по серии эталонных растворов

Через 10 минут после приготовления измеряют оптическую плотность приготовленных эталонных растворов в выбранной кювете при выбранном светофильтре (аналитической длине волны) относительно раствора сравнения.

В качестве раствора сравнения берут дистиллированную воду.

Результаты заносят в таблицу 11.

Таблица 11

Оптические характеристики эталонных растворов

№ раствора	m Ni в 1 мл раствора, г	C(Ni ²⁺), моль/л	D КФК-3)	D (КФК-3-01)	$\epsilon, \frac{\text{л}}{\text{см} \cdot \text{моль}}$ (КФК-3)	$\epsilon, \frac{\text{л}}{\text{см} \cdot \text{моль}}$ (КФК-3-01)
1						
2						
3						
4						
5						
$\epsilon(\text{среднее}), \text{л} / \text{см} \cdot \text{моль}$						

Рассчитать молярный коэффициент поглощения ϵ для каждого эталонного раствора и среднее значение по показаниям каждого из приборов.

Расчет ведется по формуле: $\underline{\hspace{10cm}}$

КИНЕТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

В кинетических методах анализа измеряемым свойством системы, на основании которого делают выводы о концентрации вещества, является скорость химической реакции.

Оптимальным временем для измерения скорости реакции считается 10–15 минут. Указанные пределы в значительной степени условны, поскольку можно в достаточно широких пределах регулировать скорость химической реакции, например, изменением температуры, концентрации реагирующих веществ, введением в раствор катализаторов (или ингибиторов).

Лабораторная работа 7

Сравнение трех вариантов определения сульфат-иона хронатурбидиметрическим методом

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр КФК-3

Секундомер

Пипетки мерные, 2 и 5 мл

Колбы мерные емкостью 100 мл, 200 мл

Колбы мерные емкостью 50 мл (4 шт.)

Стеклянная палочка с резиновым наконечником

$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (крист.) для приготовления стандартного раствора натрия сернокислого 0,005 М

$\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (крист.)

1 М HCl для приготовления 1%-го раствора BaCl_2 в 0,1 М соляной кислоте

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Приготовление 0,005 М раствора сернокислого натрия. Раствор готовится на группу.

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_{\text{M}}(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,005 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра } \text{Na}_2\text{SO}_4) = 200 \text{ мл}$	
$m(\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) = ?$	

Приготовить раствор из точной навески в мерной колбе на 200 мл.

Взвесить тигель на аналитических весах, довести до постоянной массы в сушильном шкафу. На технических весах взять грубую навеску. На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

2. Приготовление 1%-го раствора BaCl_2 в 0,1 М соляной кислоте.

Раствор готовится на группу.

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$\omega(\text{BaCl}_2) = 1 \%$	
$V(\text{р-ра } \text{BaCl}_2) = 100 \text{ мл}$	
$m(\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = ?$	

Какой объем 1 М раствора соляной кислоты необходимо добавить в мерную колбу на 100 мл для приготовления 0,1 м раствора? _____мл.

Взвесить тигель на аналитических весах, довести до постоянной массы в сушильном шкафу. На технических весах взять грубую навеску $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$. На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

Приготовить раствор из точной навески в мерной колбе на 100 мл (готовится на подгруппу).

Мерную колбу на 100 мл на половину заполнить дистиллированной водой, растворить в ней навеску. Добавить рассчитанный объем 1 М HCl , довести до метки дистиллированной водой.

3. Приготовление эталонных растворов

В 4 мерные колбы емкостью **50 мл** внести **1, 2, 3 и 4** мл стандартного раствора Na_2SO_4 и разбавить дистиллированной водой до метки.

Рассчитать молярную концентрацию сульфат-иона в каждом из полученных растворов.

Привести пример расчета молярной концентрации сульфат-иона в одном из эталонных растворов.

Данные внести в таблицу 12.

Содержание сульфат-иона в эталонных растворах

№ колбы	1	2	3	4
Объем добавленного раствора 0,005 М Na ₂ SO ₄ , мл	1	2	3	4
C _М (SO ₄ ²⁻) в эталонном растворе, моль/л				

4. Проведение измерений

Налить полученный раствор в фотометрическую кювету ($l = 30 \text{ мм}$) точно до метки на стенке кюветы и поместить кювету в кюветное отделение фотоколориметра.

Внести в кювету **1 мл** осадителя (**BaCl₂**). Одновременно включить секундомер.

Закрывать крышку кюветного отделения и измерять мутность раствора по шкале оптических плотностей с интервалом 10–20 секунд в течение 2–5 минут относительно дистиллированной воды при **синем** светофильтре.

Записать результаты измерений:

Раствор № 1 ($C_{\text{M}}(\text{SO}_4^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}}$ моль/л):

Раствор № 2 ($C_{\text{M}}(\text{SO}_4^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}}$ моль/л):

Раствор № 3 ($C_{\text{M}}(\text{SO}_4^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}}$ моль/л):

Раствор № 4 ($C_{\text{M}}(\text{SO}_4^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}}$ моль/л):

5. Построение графика

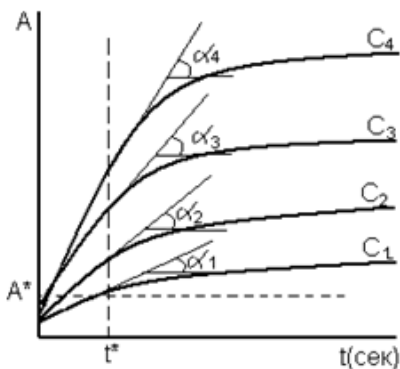


Рис. 6

Примерный вид графика зависимости оптической плотности от времени

Построить график зависимости A от t (сек) для всех четырех растворов на миллиметровой бумаге (см. рис. 6).

После построения графика, примерный вид которого показан на рисунке 5, определить угловые коэффициенты **крутых** участков кривых и построить график зависимости $\Delta A/\Delta t = \text{tg } \alpha$ от $[\text{SO}_4^{2-}]$ (4 точки). Получить градуировочный график для определения сульфат-иона по методу тангенсов (рис. 7).

Провести на рис. 6 параллельно оси времени прямую с таким расчетом, чтобы она пересекала линейные участки возможно большего числа кривых.

Построить график зависимости $1/t$ (или A^*/t) от $[\text{SO}_4^{2-}]$.

Получить градуировочный график для определения сульфат-иона по способу постоянной оптической плотности (см. рис. 8).

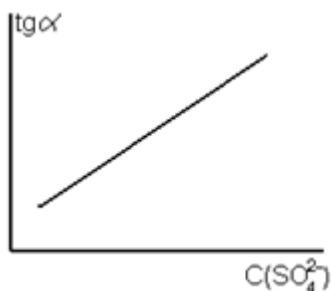


Рис. 7

Примерный вид графика по методу тангенсов

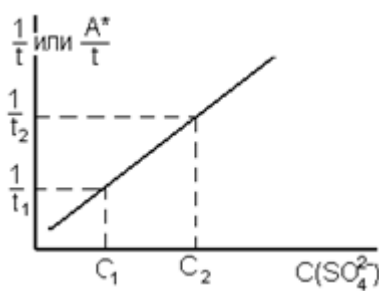


Рис. 8

Примерный вид графика для фиксированной оптической плотности

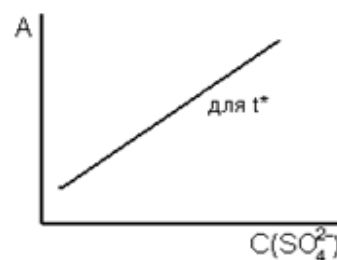


Рис. 9

Примерный вид графика для фиксированного времени

Аналогично провести параллельно оси оптических плотностей прямую, определить значение A при фиксированном времени (t^*).

Построить градуировочный график по способу фиксированного времени, как функцию A от $[\text{SO}_4^{2-}]$ (рис. 9).

6. Контрольное измерение

Выполнить определение концентрации сульфат-иона в одном из растворов, отвечающих средним значениям концентрации на градуировочных графиках, тремя методами.

Из трех параллельных определений по каждому методу вычислить среднее значение концентраций и их стандартные отклонения (относительную ошибку).

Метод тангенсов:

Раствор № ____ ($C_{M \text{ ТЕОР.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л):

$t_1 = 10$ сек. $A_1 = \text{_____}$

$t_2 = 20$ сек. $A_2 = \text{_____}$

$t_3 = 30$ сек. $A_3 = \text{_____}$

$A_1/t_1 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 1 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$A_2/t_2 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 2 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$A_3/t_3 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 3 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$C_{M \text{ СР. ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

Вычислить относительную ошибку опыта в процентах по формуле:

$$L = |C_{\text{ТЕОР}} - C_{\text{ЭКСПЕР}}| : C_{\text{ТЕОР}}$$

$L(\text{tg}) = \text{_____}$

Метод фиксированной оптической плотности:

Раствор № ____ $A^* = \text{_____}$ ($C_{M \text{ ТЕОР.}} = \text{_____}$ моль/л):

$t_1 = \text{_____}$ $t_2 = \text{_____}$ $t_3 = \text{_____}$ $t_4 = \text{_____}$

$1(A)/t_1 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 1 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$/t_2 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 2 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$/t_3 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 3 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$C_{M \text{ СР. ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$L(A^*) = \text{_____}$

Метод фиксированного времени:

Раствор № ____ $t^* = \text{_____}$ ($C_{M \text{ ТЕОР.}} = \text{_____}$ моль/л):

$t_1 = \text{_____}$ $t_2 = \text{_____}$ $t_3 = \text{_____}$ $t_4 = \text{_____}$

$A_1 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 1 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$A_2 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 2 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$A_3 = \text{_____}$ $C_{M \text{ 3 ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$C_{M \text{ СР. ПРАКТ.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \text{_____}$ моль/л

$L(t^*) = \text{_____}$

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Ионообменная хроматография

Ионообменная хроматография основана на обратимом стехиометрическом обмене ионов в растворах электролитов на подвижные ионы ионообменного сорбента – ионита (ионообменника).

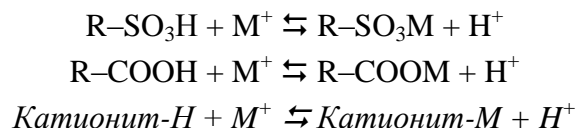
Классификация ионитов (по знаку заряда обмениваемых ионов):

- катиониты (способны к обмену катионами);
- аниониты (способны к обмену анионами);
- амфолиты (способные к катионному и анионному обмену в зависимости от условий их применения).

Катиониты могут быть:

- сильнокислотными (способны к обмену в кислой, нейтральной и щелочной средах): содержат сульфогруппу $-\text{SO}_3\text{H}$ (КУ-1, КУ-2, СДВ-3, ДАУЭКС-50, амберлит IR-120);
- слабокислотными (способны к обмену ионов при pH больше 7): содержат карбоксильную группу $-\text{COOH}$, фенольный гидроксил $-\text{OH}$ (КБ-2, КБ-4, КБ-4П-2, КФ-1, КФ-2).

Схема ионного обмена в системе катионит – раствор электролита:

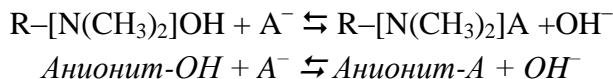


Н-формой катионита называют сорбент, содержащий обменные ионы водорода; солевой формой – сорбент, содержащий катионы металлов.

Аниониты могут быть:

- сильноосновными (способны к обмену ионов во всех средах): содержат четвертичную аммонийную группу, пиридиновый цикл (амберлиты АВ-16, АВ-17, АВ-18);
- слабоосновными (способны к обмену ионов при pH меньше 7): содержат первичные и вторичные амино-, имино- или нитридную группы: $-\text{NH}_2$, $=\text{NH}$ и $\equiv\text{N}$ (АН-2Ф, АН-23, ЭДЭ-10).

Схема ионного обмена в системе «анионит–раствор электролита»:



ОН-формой анионита называют сорбент, содержащий обменные ионы гидроксила; солевой формой – сорбент, содержащий анионы кислот.

Буквенные обозначения в маркировке ионитов:

- КУ – катионит универсальный;
- КБ – катионит буферный;
- АВ – анионит высокоосновной;
- АН – анионит низкоосновной.

Цифра, стоящая после букв, означает порядковый номер марки, буква после цифры – шифр формы гранулы ионита.

Количественный анализ методом ионообменной хроматографии осуществляется в несколько стадий:

1. Подготовка ионита

Сорбент промывают водой, заливают 2 Н соляной кислотой и оставляют для набухания и активации минимум на **12** часов.

После набухания в стакане с ионитом заменяют соляную кислоту на дистиллированную воду.

2. Подготовка колонки

Хроматографическая колонка (рис. 10) представляет собой стеклянную трубку, нижняя узкая часть которой снабжена стеклянным краном или резиновой трубкой с зажимом для регулирования скорости фильтрации. На высоте 0,5–1 см от места сужения трубки имеется стеклянная пористая пластинка или неплотно скатанный комочек стекловолокна (фильтр).

Колонку устанавливают в лапке штатива в вертикальном положении и при **закрытом** кране на $\frac{3}{4}$ заполняют дистиллированной водой. Затем при **открытом** кране смывают в колонку подготовленный сорбент, слой которого должен достигнуть **8–10** см (примерно $\frac{1}{3}$ колонки), закрывают кран, поверх сорбента помещают тампон из ваты или стекловолокна, препятствующий всплыванию зёрен ионита.

Необходимо следить, чтобы между зёрнами сорбента в колонке не задерживались пузырьки воздуха (при заполнении пузыри воздуха можно удалять, постукивая по стенкам колонки), над ватным тампоном всегда должен быть слой жидкости не менее 1 см.

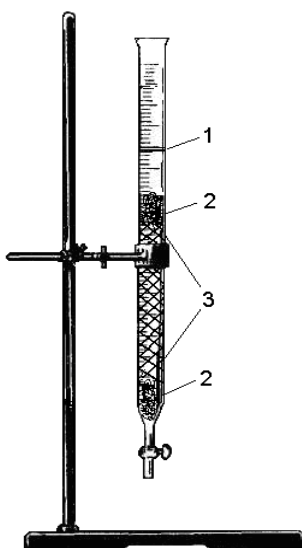


Рис. 10

Хроматографическая колонка

- 1 – уровень жидкости
- 2 – стекловолокно
- 3 – анионит

Катионит в колонке промывают водой до нейтральной реакции жидкости, вытекающей из колонки (индикатор – метиловый оранжевый).

Анионит отмывают водой от кислоты, заливают 2%-м раствором натрия гидроксида на **2–4** часа. Настаивание повторяют несколько раз до отрицательной реакции на хлорид-ион. Затем анионит в колонке промывают водой до нейтральной реакции.

3. Приготовление анализируемого раствора

Взятие навески, растворение, получение разведения.

4. Собственно хроматофирование

Пропускание анализируемого раствора через колонку с сорбентом.

Аликвотную часть анализируемого раствора помещают в хроматографическую колонку, краном или зажимом регулируют вытекание жидкости из колонки со скоростью **20–25** капель в минуту, оптимальной для полного протекания реакции ионного обмена.

Вытекающую жидкость собирают в колбу (коническую для титрования или мерную для последующей работы с раствором), колонку промывают водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому, **все промывные воды собирают в ту же колбу.**

5. Анализ (титрование) полученного фильтрата (элюента)

Полученный раствор, в котором находится вещество, образующееся в эквивалентном количестве в результате ионного обмена на сорбенте, титруют раствором щелочи или кислоты (в зависимости от природы ионита) – титрование по заместителю.

6. Расчет результатов

На основании результатов титрования рассчитывают содержание анализируемого вещества.

7. Регенерация ионита

Для регенерации колонки с **катионитом** промывают 4%-м раствором хлороводородной кислоты, с **анионитом** – 5%-м раствором карбоната натрия или 2%-ым раствором гидроксида натрия до тех пор, пока концентрация вытекающего раствора не станет равной исходной.

Затем колонку промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

После окончания работы колонка должна быть заполнена водой.

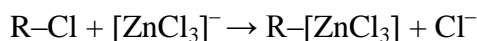
Лабораторная работа 8

Разделение ионов никеля и цинка методом ионообменной хроматографии и их количественное определение

Для разделения катионов цинка и никеля используют способность ионов цинка образовывать ионы $[\text{ZnCl}_3]^-$. Ионы никеля не образуют таких комплексов.

При пропускании через колонку с **анионитом** в Cl-форме раствора, содержащего катионы никеля и комплексные анионы $[\text{ZnCl}_3]^-$, происходит поглощение последних, а ионы никеля остаются в растворе непоглощенными и уходят в фильтрат.

Поглощение хлоридного комплекса цинка анионитом можно представить следующим уравнением:



Ионы цинка извлекают из анионита промыванием дистиллированной водой. При этом хлоридный комплекс цинка разрушается и катионы цинка проходят в фильтрат.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Подготовленная бюретка с анионитом	Раствор $ZnSO_4$ с $T(Zn^{2+}) = 1$ мг/мл
Мерные колбы на 50, 100, 250 мл	Раствор $NiSO_4$ с $T(Ni^{2+}) = 0,2$ мг/мл
Мерные колбы на 1000 мл (2 шт.)	Раствор диметилглиоксима 1%-й в 20%-м NaOH
Стеклянные воронки	Раствор HCl 2 Н, 4 Н
Микропипетки	Раствор NH_3 25%-ый
Тигли № 3 (2 шт.)	Раствор $K_4[Fe(CN)_6]$
Бюретки для титрования	Раствор I_2 0,05 Н в KI
Микропипетки	Раствор трилона Б 0,01 Н
Пипетки Мора на 10 мл	Эриохром черный Т смесь с NaCl 1:100
Колба для титрования на 100 мл (2 шт.)	

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Подготовка колонок

За несколько дней дежурным подготовить хроматографические колонки.

2. Приготовление 0,05 Н раствора трилона Б

Раствор готовится дежурными из фиксанала в мерной колбе на _____ л.

3. Приготовить исследуемые растворы с титром Zn^{2+} (1 мг/мл) и Ni^{2+} (0,2 мг/мл)

(объем каждого 1л)

Сделать необходимые расчеты.

$V(\text{р-ра } Zn^{2+}) = 1$ л	
$T(Zn^{2+}) = 1$ мг/мл	
$m(ZnSO_4 \cdot 7 H_2O) = ?$	

$V(\text{р-ра } Ni^{2+}) = 1$ л	
$T(Ni^{2+}) = 0,2$ мг/мл	
$m(NiSO_4 \cdot 7 H_2O) = ?$	

Взвесить тигель на аналитических весах, довести до постоянной массы в сушильном шкафу. На технических весах взять грубую навеску соли. На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

Приготовить раствор из точной навески в мерной колбе на 1000 мл (растворы готовятся на подгруппу).

4. Приготовление разведения для хроматографического разделения ионов

В мерную колбу на **50 мл** внести пипеткой по **10 мл** приготовленных растворов ($T(\text{Ni}^{2+}) = 0,2 \text{ мг/мл}$; $T(\text{Zn}^{2+}) = 1 \text{ мг/мл}$), довести объем до метки дистиллированной **водой**.

В мерную колбу на **100 мл** перелить приготовленную смесь Zn^{2+} и Ni^{2+} . МК-50 ополоснуть небольшим количеством **4 Н** раствора **HCl**, перенести в МК-100. Довести объем до метки **4 Н** раствором **HCl**.

При этом катионы цинка образуют хлоридные комплексные анионы. Написать уравнение соответствующей реакции.

Чему равна концентрация соляной кислоты в полученном разведении?

$C_N(\text{HCl}) =$

Чему равна концентрация цинка и никеля в полученном разведении?

$T(\text{Zn}^{2+}) =$

$T(\text{Ni}^{2+}) =$

5. Подготовка колонки

Промыть колонку 50 мл 2 Н раствора HCl.

6. Разделение ионов цинка и никеля

Мерную колбу с пометкой Ni^{2+} емкостью **250 мл** поместить под колонку.

В неё собрать **весь** раствор, пропущенный через ионит. В эту же колбу через колонку пропустить **50 мл 2 Н HCl**.

Проверить полноту вымывания никеля. Для этого на часовое стекло поместить **1** каплю раствора из бюретки, добавить **2–3** капли 25%-го раствора NH_3 и **1** каплю 1%-го диметилглиоксима в щелочи. В случае наличия Ni^{2+} (появление красной окраски) пропустить дополнительно порцию **2 Н HCl**.

Довести до метки дистиллированной **водой**.

Мерную колбу с пометкой Zn^{2+} емкостью **250 мл** поместить под колонку.

Промыть колонку **200 мл** дистиллированной **воды**. Проверить полноту вымывания цинка. Для этого в пробирку поместить **1** каплю раствора из бюретки, прибавить **2** капли гексацианоферрата (II) калия. В случае наличия Zn^{2+} (появление белого осадка) пропустить дополнительно порцию дистиллированной **воды**.

Написать уравнение соответствующей реакции.

Довести до метки дистиллированной **водой**.

7. Определение цинка методом комплексонометрии

Оттитровать собранный цинк, используя схему титрования (рис. 11, стр. 41).



трилон Б 0,01 Н
20 мл исследуемого раствора
25 % аммиак до pH = 10 по каплям
глазная лопаточка эриохрома черного Т

Рис. 11
Схема титрования

Переход окраски: **красный в синий**.
Титровать до перехода красной окраски в синюю от одной капли титранта.

$V_1 =$ мл, $V_2 =$ мл, $V_3 =$ мл, $V_4 =$ мл.

$V_{\text{CP}} =$

Вычислить содержание ионов цинка в собранном растворе:

$C_N(\text{---Tr}) = 0,05$ моль/л

$V_{\text{CP}}(\text{p-ра Tr}) =$ мл

$m(\text{Zn}^{2+}) = ?$

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Рассчитать титр цинка в исследуемом растворе по данным комплексонометрического определения и потери цинка по отношению к исходному раствору.

Сделайте предположение, на каком этапе анализа могли произойти «потери» иона?

8. Определение никеля фотометрическим методом.

В мерную колбу емкостью **50** мл поместить **5** мл испытуемого раствора.

Довести pH раствора до **10**, добавляя по каплям 1–2 Н раствор щелочи.

Добавить **0,5** мл **0,05** М раствора йода и **0,5** мл диметилглиоксима (1%-й раствор в 20%-м растворе щелочи).

Объем довести до метки дистиллированной водой.

Данные определения содержания цинка в растворе

№ ОПРЕД	T_i (мг/мл)	$T_i - \bar{T}$ с учетом подозрительных результатов	$(T_i - \bar{T})^2$ с учетом подозрительных результатов	$T_i - \bar{T}$ без учета подозрительных результатов	$(T_i - \bar{T})^2$ без учета подозрительных результатов
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
с учетом подозрительных результатов	$\bar{T} =$		$\Sigma =$		
без учета подозрительных результатов	$\bar{T} =$				$\Sigma =$

Рассчитать доверительный интервал определения никеля в растворе в таблице 13, используя результаты, полученные всеми студентами подгруппы.

Таблица 14

Данные определения содержания никеля в растворе

№ ОПРЕД	T_i (мг/мл)	$T_i - \bar{T}$ с учетом подозрительных результатов	$(T_i - \bar{T})^2$ с учетом подозрительных результатов	$T_i - \bar{T}$ без учета подозрительных результатов	$(T_i - \bar{T})^2$ без учета подозрительных результатов
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
с учетом подозрительных результатов	$\bar{T} =$		$\Sigma =$		
без учета подозрительных результатов	$\bar{T} =$				$\Sigma =$

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Рефракцией называют изменение направления прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую вследствие взаимодействия света со средой (рис. 12).

Метод рефрактометрии включает в себя измерение преломления света и все его возможные практические приложения.

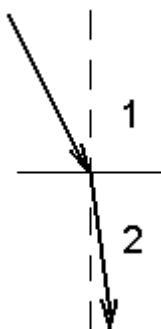


Рис. 12

Преломление светового луча на границе раздела фаз

Преломление света оценивается по показателю преломления, который зависит от состава индивидуальных веществ и систем, а также от того, какие молекулы и в какой концентрации встречает на своем пути световой поток.

Показатель преломления воды при 20 °С составляет 1,33299.

Значения показателей преломления растворов зависят от их концентрации. Растворенные вещества повышают показатель преломления, причем, как правило, существует линейная зависимость от их концентрации. В связи с этим рефрактометрический метод получил широкое применение при анализе растворов.

Это дает возможность устанавливать содержание сухих веществ в растворах, что особенно важно при исследовании пищевых продуктов.

Измерение коэффициента преломления жидкостей является быстрой процедурой, требующей очень малого количества анализируемого вещества.

Измерение показателя преломления является простой операцией, которая может быть осуществлена с высокой точностью и затратами малого количества вещества и минимального времени.

Принцип измерения основан на определении предельного угла полного внутреннего отражения.

Отношение синуса угла падения светового луча к синусу угла преломления называется *относительным показателем преломления второго вещества по отношению к первому* ($n_{2/1}$). Оно равно отношению скоростей распространения света в одном веществе и в другом (v_1 и v_2):

$$n_{2/1} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{v_1}{v_2}. \quad (8)$$

Практически показатели преломления веществ измеряют по отношению к воздуху.

Принцип действия рефрактометра основан на преломлении света или на полном внутреннем отражении светового луча при прохождении через границу твердой и жидкой фаз.

Целью работы является установление характера зависимости показателя преломления раствора сахарозы от его концентрации.

Лабораторная работа 9

Исследование зависимости коэффициента преломления раствора сахарозы от концентрации

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Рефрактометр ИРФ–454	Бюкс для взвешивания
Мерные колбы на 50 мл (5 шт.)	Шпатель
Мерная колба на 25 мл (1 шт.)	Аналитические весы
Стекланная палочка	Технохимические весы
Мягкая ткань	Воронка
Пипетки Мора на 10 и на 5 мл	Сахароза
Осветитель	

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Приготовление стандартных растворов сахарозы

Сделать необходимые расчеты и приготовить **50** мл раствора сахарозы с массовой долей сахарозы **25** %.

$\omega(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 25 \%$	
$V_{\text{р-ра}}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 50 \text{ мл}$	
$m(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = ?$	

В **МК-50** путем разведения более концентрированного раствора приготовить 5, 10, 15 и 20%-ые растворы сахарозы.

$V_{\text{р-ра } 1}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 50 \text{ мл}$	
$\omega_1(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 20 \%$	
$\omega_0(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 25 \%$	
$V_{\text{р-ра } 0}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = ? \text{ мл}$	

$V_{\text{р-ра } 2}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 50 \text{ мл}$	
$\omega_2(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 15 \%$	
$\omega_1(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 20 \%$	
$V_{\text{р-ра } 1}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = ? \text{ мл}$	

$V_{\text{р-ра } 3}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 50 \text{ мл}$	
$\omega_3(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 10 \%$	
$\omega_2(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 15 \%$	
$V_{\text{р-ра } 2}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = ? \text{ мл}$	

$V_{P-PA 4}(C_{12}H_{22}O_{11}) = 50$ мл	
$\omega_4(C_{12}H_{22}O_{11}) = 5$ %	
$\omega_3(C_{12}H_{22}O_{11}) = 10$ %	
$V_{P-PA 3}(C_{12}H_{22}O_{11}) = ?$ мл	

2. Рефрактометрия

Измерить коэффициенты преломления полученных растворов с помощью рефрактометра. Для этого:

- 1) верхнюю призму рефрактометра отворачивают вверх и в сторону;
- 2) мягкой тряпочкой, не прижимая ее к поверхности, протереть верхнее и нижнее стекла головки прибора;
- 3) с помощью стеклянной палочки нанести 1–2 капли 5%-го раствора сахарозы на нижнюю призму прибора;
- 4) закрыть верхнюю призму, настроить освещение и наблюдать в окуляр. При достаточном количестве жидкости между призмами в поле зрения виден круг со светлым и темным полями. Кроме того, слева от круга в окуляре также видна отсчетная шкала прибора;
- 5) вращением ручки в левой части прибора границу света и тени совместить с перекрестием, находящимся в круге.

При этом на отсчетной шкале можно отметить коэффициент преломления жидкости, находящейся между призмами (целые числа, десятые, сотые и тысячные доли отсчитывают непосредственно, четвертый знак после запятой оценивают на глаз).

В том случае, если в окуляре граница света и тени видна нечетко, если она окрашена в разные цвета, то вращением рукоятки перед окуляром добиться исчезновения цветов и размытости и только после этого совместить границу освещенностей с перекрестием в центре круга;

- 6) измеренное значение коэффициента преломления занести в таблицу, протереть поверхности призм;
 - 7) снова нанести на призму 1-2 капли того же раствора, повторить замер;
- Всего должно быть выполнено пять замеров для каждой концентрации раствора сахарозы. Из них рассчитать среднее значение;
- 8) после последнего замера следует промыть призмы водой и просушить.

3. Обработка данных

Результаты оформить в виде таблицы. Рассчитать среднее значение коэффициента преломления для каждого раствора. Для оформления расчетов использовать таблицу 15.

Коэффициент преломления растворов сахарозы

№	ω , %	Коэффициент преломления					
		n_1	n_2	n_3	n_4	n_5	$n_{\text{СРЕД.}}$
1	0	–	–	–	–	–	1,3333
2	5						
3	10						
4	15						
5	20						
6	25						

Построить график зависимости коэффициента преломления от концентрации на миллиметровой бумаге в масштабе: 1% – 5 мм; 0,01 ед. коэффициента преломления – 25 мм. График приложить к работе.

Зависимость коэффициента преломления от концентрации описывается функцией:

$$n = 1,3333 + \epsilon \cdot \omega \quad (9)$$

$$\text{или } n = 1,3333 + \epsilon \cdot C, \quad (10)$$

где: 1,3333 – коэффициент преломления воды,

ϵ – угловой коэффициент,

C , ω – концентрация (моль/л), массовая доля (%).

Для повышения точности расчета этой функции коэффициент « ϵ » рассчитывают по экспериментальным данным методом наименьших квадратов:

$$b = \frac{6 \sum \omega_i \cdot n_i - \sum \omega_i \cdot \sum n_i}{6 \sum \omega_i^2 - (\sum \omega_i)^2} \quad (11)$$

$$\text{или } b = \frac{6 \sum C_i \cdot n_i - \sum C_i \cdot \sum n_i}{6 \sum C_i^2 - (\sum C_i)^2} \quad (12)$$

Для этого составляют расчетную таблицу (см. табл. 16), рассчитывают произведения $\omega \cdot n$, а также квадраты ω (ω^2), вычисляют сумму и так далее.

Таблица 16

Таблица для расчета коэффициента преломления

№	ω	n	$\omega \cdot n$	ω^2
1	0	1,3333		
2	5			
3	10			
4	15			
5	20			
6	25			
Σ				

Рассчитать угловой коэффициент преломления сахарозы по отношению к дистиллированной воде.

Лабораторная работа 10

Рефрактометрическое определение содержания крахмала в картофеле

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Стаканы стеклянные с крышками емкостью 0,3–0,4 л	Сифон
Технохимические весы	Пипетка на 25 мл
Нож	Водяная баня
Ступка с пестиком	Рефрактометр
	1 М водный раствор HCl

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Взвесить чистый сухой стакан.

$$g_1 = \text{_____} \text{ г}$$

2. Навеску картофеля массой около 25 г взвесить на технохимических весах.

$$a = \text{_____} \text{ г}$$

3. Разрезать на небольшие кусочки и слегка раздавить в фарфоровой ступке.

4. Пробу из ступки количественно перенести в стакан и залить дистиллированной водой доверху.

5. После отстаивания в течение часа осветленную часть жидкости слить с помощью сифона. При этом удаляется основная часть растворимых сахаров. Следует сливать максимальное количество жидкости, не взмучивая осадок.

6. В стакан с осадком картофеля с помощью пипетки прилить **25** мл **1 М** раствора соляной кислоты, закрыть стакан крышкой и поставить на кипящую водяную баню на **15–18** мин.

7. После этой выдержки стакан охладить проточной водой, снять крышку, высушить наружные стенки фильтровальной бумагой и взвесить на технохимических весах.

$$g_2 = \text{_____} \text{ г}$$

8. После взвешивания **1-2** капли раствора из стакана нанести на призму рефрактометра и измерить преломляющую способность в % сахарной шкалы (методика работы с рефрактометром описана в предыдущей работе).

$$n = \underline{\hspace{2cm}}\%$$

9. Расчет содержания крахмала ведут по формуле:

$$C_{\text{КР}} = \frac{n(g_1 - g_2) - d}{a} \cdot K, \quad (13)$$

где: n – преломляющая способность полученного раствора;

g_2 – масса стакана с соляной кислотой и картофелем;

g_1 – масса пустого стакана;

a – навеска картофеля, взятая для анализа;

d – численный коэффициент, равный **144** ($5,76 \cdot 25$), где $5,76$ – преломляющая способность 1 М раствора соляной кислоты в единицах сахарной шкалы, а 25 – объем соляной кислоты в мл, использованный для анализа;

K – пересчетный коэффициент от преломляющей способности раствора в единицах сахарной шкалы к содержанию крахмала в % ($K = 1,02$).

Основная погрешность данной методики заключается в погрешности определения преломляющей способности.

Обычно величина преломляющей способности раствора соляной кислоты составляет **4-5** единиц сахарной шкалы.

Отношение $(g_2 - g_1)/a$ при правильном выполнении анализа составляет примерно **3** единицы.

Поэтому абсолютная ошибка анализа содержания крахмала в картофеле составляет **0,5–0,6 %**, при том что ошибка определения преломляющей способности смеси составляет **0,2 %** (цена деления сахарной шкалы рефрактометра). Для этого случая относительная ошибка определения равна **3–4 %**.

Использование более точного рефрактометра с ценой деления **0,1 %** сахарной шкалы позволяет уменьшить ошибку примерно в **2** раза.

При выполнении анализа следует тщательно проверять настройку рефрактометра. Для дистиллированной воды его показание должно точно соответствовать нулю сахарной шкалы.

Концентрация соляной кислоты также должна быть равной **1 М**. Проверять её следует непосредственно перед работой, нанося каплю раствора соляной кислоты на призму рефрактометра и измеряя преломляющую способность. Величина преломляющей способности должна составлять **5,7–5,8** единиц сахарной шкалы.

В случае, если концентрация соляной кислоты несколько отличается от указанной, то, определив ее преломляющую способность, следует учесть это в величине коэффициента d .

Лабораторная работа 11

Рефрактометрическое и пикнометрическое определение этилового спирта и сахарозы в водном растворе

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Мерная колба на 100 мл	Мягкая ткань
Стеклянная палочка	Набор ареометров
Пикнометр с пробкой	Аналитические весы
Пипетка на 10 мл	Термостат
Дозатор	Вода
Шприц без иглы на 10 мл	Этанол
Рефрактометр ИРФ–454	Сахароза
Осветитель	

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Приготовление исследуемого раствора

Сделать расчеты и приготовить 100 г раствора, содержащего примерно по 5% этилового спирта и сахарозы.

Раствор готовится из раствора спирта с $\omega = \underline{\hspace{2cm}}$ % (плотностью = $\underline{\hspace{2cm}}$ г/мл) и сахарозы (ч.д.а.).

$m_{P-A} = 100 \text{ г}$	
$\omega(C_{12}H_{22}O_{11}) = 5 \%$	
$\omega(C_2H_5OH) = 5 \%$	
$V_{P-A}(C_2H_5OH) = ? \text{ мл}$	
$m(C_{12}H_{22}O_{11}) = 5 \%$	

2. Определение плотности раствора

Для определения плотности раствора с точностью до четвертого знака используют пикнометр.

Промытый и высушенный пикнометр взвешивают на аналитических весах (пикнометр закрыт пробкой). Вес его записывают и обозначают P_0 .

$$P_0 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г.}$$

Этот пикнометр заполняют с помощью маленькой воронки (шприца) исследуемым раствором и ставят на 10–15 мин в термостат (при температуре 20 °С).

После выдержки в термостате пикнометр доводят до метки, удаляя избыток жидкости полоской фильтровальной бумаги, закрывают пробкой и обтирают наружную поверхность чистым полотенцем (фильтром).

Затем пикнометр взвешивают на аналитических весах – P_1 .

$$P_1 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г.}$$

Исследуемую жидкость выливают, ополаскивают пикнометр несколько раз дистиллированной водой, заполняют его дистиллированной водой, выдерживают в термостате (при 20 °С), доводят до метки, обтирают и взвешивают – P₂.

$$P_2 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г.}$$

Относительную плотность исследуемой жидкости, отнесенную к плотности воды при 4 °С, рассчитывают по формуле:

$$d_4^{20} = \frac{P_1 - P_0}{P_2 - P_0} \cdot 0,99823 \text{ г/мл} \quad (14)$$

где: d_4^{20} – относительная плотность исследуемой жидкости при 20 °С, отнесенная к плотности воды при 4 °С,

P₀ – масса пустого пикнометра,

P₁ – масса пикнометра с исследуемой жидкостью,

P₂ – масса пикнометра с дистиллированной водой.

3. Определение коэффициента преломления раствора

Методика работы с рефрактометром описана в работе «Исследование зависимости коэффициента преломления раствора сахарозы от концентрации».

По левой шкале записывают коэффициент преломления раствора для границы светлого и темного полей – n_D^{20} .

Всего должно быть выполнено пять замеров. Из них рассчитать среднее значение.

$n_D^{20} 1 =$	$n_D^{20} 2 =$	$n_D^{20} 3 =$
$n_D^{20} 4 =$	$n_D^{20} 5 =$	$n_D^{20} \text{ ср} =$

После последнего замера следует промыть призмы водой и просушить.

4. Расчет концентраций спирта и сахарозы в растворе

Рассчитывают условную разность показателей преломления раствора и воды по формуле:

$$(n_D^{20} - 1,333) \cdot 10^4 \quad (15)$$

Относительную плотность раствора в условных единицах рассчитывают по формуле:

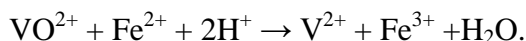
$$\frac{d_4^{20} - 1,000}{d_4^{20}} \cdot 10^4 \quad (16)$$

ЗАДАНИЯ ДЛЯ ВНЕАУДИТОРНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ

БУФЕРНЫЕ СИСТЕМЫ. ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ

1 вариант

1. Сколько миллилитров 0,5 М раствора хлорида аммония NH_4Cl следует прибавить к 100 мл 0,5 Н. раствора гидроксида аммония, чтобы получить буферную систему с рН, равным 9,25?
2. Сколько граммов хлорида аммония следует растворить в 200 мл 0,52 Н раствора гидроксида аммония, чтобы получить концентрацию гидроксид иона $[\text{OH}^-]$, равную $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л?
3. Вычислить концентрацию ионов водорода, гидроксид-ионов и рН раствора, образовавшегося при смешивании 40 мл 0,05 М раствора азотистой кислоты HNO_2 и 10 мл 2,0 М раствора нитрита калия KNO_2 .
4. Магниевую пластинку опустили в раствор соли магния. Электродный потенциал оказался равным $-2,41$ В. Вычислить молярную концентрацию ионов магния в растворе.
5. Рассчитать скачок потенциала при титровании 0,1 М раствора сульфата церия (IV) раствором сульфата железа (II) концентрации 0,1 моль/л (99,9 % 100% и 100,1 % оттитровки).
6. Рассчитать потенциал индикаторного хлорсеребряного электрода по отношению к насыщенному каломельному электроду сравнения ($t = 25^\circ\text{C}$) в цепи:
$$\text{Ag, AgCl} \mid 5 \cdot 10^{-3} \text{ M KCl} \parallel \text{насыщ. KCl} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2, \text{ Hg0}$$
7. Из навески стали массой 2,0000 г ванадий перевели в раствор и потенциометрически отитровали 0,1000 М раствором сульфата железа (II):



Рассчитать массовую долю ванадия в образце по следующим результатам потенциометрического титрования:

V(FeSO_4), мл	2,0	10,0	18,0	19,8	20,0	20,2	22,0
E, мВ	1058	999	940	901	885	841	830

Какой индикаторный электрод и электрод сравнения могут быть применены для данного потенциометрического титрования?

2 вариант

1. Смешали 20 мл 0,2 М раствора ацетата натрия CH_3COONa с 20 мл 0,3 Н раствора уксусной кислоты. Определить рН раствора.
2. Вычислить молярную концентрацию раствора муравьиной кислоты НСООН , если в 250 мл его содержится 1,7 г формиата натрия НСООНa и $[\text{H}^+] = 3,6 \cdot 10^{-4}$ моль/л.
3. Сколько молей кристаллического ацетата калия необходимо растворить в 100 мл 0,0375 М раствора уксусной кислоты CH_3COOH , чтобы получить рН раствора, равный 5,43?
4. Рассчитать потенциал водородного электрода при рН = 5.
5. Рассчитать изменение потенциала при титровании 0,1 М раствора сульфата церия (IV) раствором сульфата железа (II) концентрации 0,1 моль/л (99 %, 100 % и 101 % оттитровки).
6. Рассчитать потенциал платинового электрода, помещенного в оттитрованный на 99% перманганатом калия раствор сульфата железа (II), по отношению к насыщенному хлорсеребряному электроду сравнения.
7. Рассчитать концентрацию (г/л) хлорида натрия в анализируемом растворе, если при потенциометрическом титровании 20,00 мл этого раствора 0,2000 М раствором нитрата серебра получены следующие результаты:

V(AgNO_3), мл	15,0	20,0	22,0	24,0	24,5	24,9	25,0	25,1	25,5
E, мВ	307	328	342	370	388	488	517	606	646

Какой индикаторный электрод и электрод сравнения могут быть применены для данного потенциометрического титрования?

3 вариант

1. Сколько граммов формиата натрия следует добавить к 100 мл 0,2 М раствора муравьиной кислоты НСООН , чтобы получить буферный раствор с рН, равным 3,32?
2. К 100 мл 0,05 М раствора уксусной кислоты прибавили 0,982 г ацетата калия CH_3COOK . Как изменилась степень ионизации ее?
3. Определить рН буферной смеси, состоящей из 0,01 М раствора муравьиной кислоты НСООН и 0,02 М раствора формиата калия.
4. Рассчитать потенциал водородного электрода при рН = 10.
5. Рассчитать изменение потенциала при титровании 0,1 М раствора сульфата церия (IV) 0,1 М раствором сульфата железа (II) (90 %, 100 % и 110 % оттитровки).
6. Рассчитать значение рН раствора, если потенциал индикаторного хингидронного электрода относительно стандартного водородного электрода равен +0,463 В.
7. Рассчитать скачок ($\pm 0,1$ %) потенциала водородного электрода относительно 1 М хлорсеребряного электрода сравнения ($t = 25$ °С) при титровании 0,10 М раствора уксусной кислоты 0,10 М раствором гидроксида калия.

ФОТОМЕТРИЯ

1 вариант

1. Для определения ионов железа 100 мл воды после упаривания обработали *o*-фенантролином. При этом получено 50 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность этого раствора при толщине слоя 1 см оказалась равной 0,23. Определить содержание ионов железа в воде (мг/л), если молярный коэффициент поглощения раствора составляет 1100.
2. Из навески образца медного сплава в 0,650 г после растворения и обработки аммиаком было получено 500 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность его в кювете с толщиной слоя 2 см составляет 0,254. Определить массовую долю (в %) меди в сплаве, если молярный коэффициент поглощения 423.

2 вариант

1. Сколько ионов меди содержится в 1 л раствора, если оптическая плотность его при толщине слоя кювета 2 см равна 0,14? Молярный коэффициент поглощения раствора равен 4 650.
2. К 10 мл раствора соли железа (III) добавили ацетон, раствор роданида аммония и довели объём раствора водой до 100 мл. Раствор проколориметрирован в кювете на 2 см. Оптическая плотность окрашенного раствора 0,75. Молярный коэффициент поглощения при данной длине волны (480 нм) равен 14 000. Рассчитать концентрацию раствора (в мг/мл) соли железа(III).

3 вариант

1. Молярный коэффициент поглощения окрашенного комплекса никеля α -бензолдиоксимом при длине волны 406 нм равен 12 000. Определить минимальную концентрацию никеля (в мкг/мл), которая может быть определена фотометрически в кювете с толщиной слоя 5 см, если минимальный отсчет по шкале оптической плотности фотоколориметра 0,020.
2. Из навески образца медного сплава в 0,650 г после растворения и обработки аммиаком было получено 500 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность его в кювете с толщиной слоя 2 см составляет 0,254. Определить массовую долю (в %) меди в сплаве, если молярный коэффициент поглощения 423.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1

Вопросы к конференции «Современные методы инструментального (физико-химического) анализа»

Электрохимические методы

1. Кулонометрия.
2. Полярография.
3. Кондуктометрия.

Оптические методы

1. Атомно-абсорбционный метод.
2. Молекулярно-абсорбционный метод.
3. Метод комбинационного рассеяния.
4. Люминесцентный метод.
5. Нефелометрия.
6. Турбидиметрия.
7. Поляриметрический метод.
8. Рефрактометрический метод.
9. Спектральный эмиссионный метод.

Биологические методы

1. Микроорганизмы и беспозвоночные животные как индикаторные организмы.
2. Использование позвоночных животных для определения микроколичеств элементов.

Примечание

Характеристика метода должна включать разделы:

- сущность метода и его теоретическое обоснование;
- классификация методов (если таковая имеется);
- приборы, используемые в анализе;
- применение метода (примеры).

Приложение 2

Вопросы к коллоквиуму «Теория физико-химического анализа»

Потенциометрия как электрохимический метод анализа

1. Прямая потенциометрия, её возможности, достоинства и недостатки.
2. Теоретические основы потенциометрического титрования.
3. Индикаторные электроды, электроды сравнения. Выбор индикаторного электрода. Требования, предъявляемые к электродам.

4. Практическое применение потенциометрического титрования для определения конечной точки титрования в кислотно-основном, окислительно-восстановительном, осадительном и комплексонометрическом методах.

Фотометрия как метод молекулярной спектроскопии

1. Теоретические основы фотометрии. Объединенный закон Бугера–Ламберта–Бера.
2. Основные этапы и оптимальные условия фотометрического определения.
3. Требования к фотометрическим реакциям.
4. Основные приемы фотометрических измерений.
5. Удельный и молярный коэффициенты светопоглощения, их физический смысл и значение, связь между ними.
6. Фотометрический анализ многокомпонентных систем. Сущность, варианты.
7. Фотометрическое титрование.
8. Практическое применение метода.

Рефрактометрия

1. Теоретические основы рефрактометрии.
2. Основные этапы и оптимальные условия рефрактометрического определения.

Приложение 3

Электродные потенциалы стандартных электродов

Название	Обозначение	Потенциал, В
Каломельный насыщенный	$\text{KCl}_{\text{нас}} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Hg}$	0,246
Каломельный нормальный	$\text{KCl } 1\text{н} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Hg}$	0,282
Каломельный децинормальный	$\text{KCl } 0,1\text{н} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Hg}$	0,335
Хлорсеребряный насыщенный	$\text{KCl}_{\text{нас}} \mid \text{AgCl} \mid \text{Ag}$	0,201
Хлорсеребряный нормальный	$\text{KCl } 1\text{н} \mid \text{AgCl} \mid \text{Ag}$	0,237
Хлорсеребряный децинормальный	$\text{KCl } 0,1\text{н} \mid \text{AgCl} \mid \text{Ag}$	0,290
Ртутноокисный нормальный	$\text{NaOH } 1\text{н} \mid \text{HgO} \mid \text{Hg}$	0,140
Ртутноокисный децинормальный	$\text{NaOH } 0,1\text{н} \mid \text{HgO} \mid \text{Hg}$	0,165
Ртутносерноокислый нормальный	$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 1\text{н} \mid \text{Hg}_2\text{SO}_4 \mid \text{Hg}$	0,682
Ртутносерноокислый децинормальный	$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 0,1\text{н} \mid \text{Hg}_2\text{SO}_4 \mid \text{Hg}$	0,650

Измерение рН с помощью прибора «АНИОН»

1. Включить блок питания в сеть.
2. Нажать кнопку ВКЛ.
3. Подождать, пока после ряда надписей на экране не появятся две строчки: «Кондуктометр» и «Иономер».
4. Если темное выделение стоит на слове «Иономер», ничего делать не надо, а подождать, пока не появятся крупные числа, показывающие величину рН среды.
5. Если же выделение стоит на слове «Кондуктометр», то стрелками надо переместить выделение на слово «Иономер» и нажать кнопку «ВВОД». Прибор покажет величину рН воды в стаканчике, куда погружены электроды. Если делать такую настройку изначально, то можно после появления двух указанных слов нажать кнопку «РЕЖИМ», высветятся слова «Кондуктометр» и «Иономер». Далее следует переместить выделение на «Иономер» и нажать «ВВОД».
6. Для проведения измерения в исследуемом растворе следует приподнять электроды (за штатив или за лапку) из стаканчика, в котором они находились, и обмыть их дистиллированной водой.
7. Передвинуть стаканы и опустить электроды в стаканчик с исследуемым раствором.
8. Далее следует просто подождать, пока на экране не появится и не станет сравнительно постоянным число, показывающее величину рН среды в исследуемом растворе.
9. Записать это число в тетрадь.
10. Поднять электроды, обмыть их дистиллированной водой и опустить в жидкость первого стаканчика. Электроды ВСЕГДА должны быть погружены в водный раствор.
11. Если на этом измерения заканчиваются, нажать кнопку ОТКЛ и выдернуть блок питания из сети.

Измерение рН с помощью прибора «ЭКСПЕРТ»

1. Включить блок питания в сеть.
2. Нажать (СИЛЬНО !!!, может быть не один раз) кнопку ВКЛ.
3. Когда включится, подождать, пока после целого ряда сменяющихся надписей на экране не появится такое сообщение: «Выбор режима. рН-метр-иономер».
4. Приподнять электроды (за штатив или за лапку) из стаканчика, в котором они находились, и обмыть их дистиллированной водой.

5. Передвинуть стаканы и опустить электроды в стаканчик с исследуемым раствором.
6. Нажать кнопку ИЗМ (не обязательно сильно), подождать, пока на экране не появится сообщение:

рН	Меняющееся число (секунды измерения)
ЧИСЛО	рХ

7. Подождать, пока число перед рХ не станет сравнительно постоянным, это и будет величина рН среды в исследуемом растворе.
8. Записать это число в тетрадь.
9. Поднять электроды, обмыть их дистиллированной водой и опустить в жидкость первого стаканчика. Электроды ВСЕГДА должны быть погружены в водный раствор.
10. Если на этом измерения заканчиваются, нажать кнопку ОТМЕНА, а затем ОТКЛ и выдернуть блок питания из сети.

Приложение 6

Порядок работы на КФК–3–01

1. Подготовка прибора к работе

1. Установить фотометр на рабочем месте. Следить за тем, чтобы на фотометр не попадали прямые солнечные лучи.

2. Тумблер «СЕТЬ» установить в выключенном положении. Закрывать крышку кюветного отделения. Подсоединить фотометр к сети 220 В, 50 Гц.

3. Включить тумблер «СЕТЬ».

Подготовка фотометра к работе осуществляется в автоматическом режиме:

- на верхнем индикаторе отображается символ завода-изготовителя «ОАО "ЗОМЗ"»,
- на нижнем – «ПРОГРЕВ ПРИБОРА» и показания таймера;
- по истечении 2,5 мин на верхнем индикаторе отображается шифр фотометра «КФК–3–01»;
- по истечении 5 мин автоматически учитывается «нулевой отсчет», включается источник излучения; на верхнем индикаторе отображается значение длины волны в нм, на нижнем – надпись «ПРОГРЕВ ЛАМПЫ» и показания таймера;
- по истечении 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе и на нижнем индикаторе отображается надпись «ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ».

Фотометр готов к работе.

Примечание: Для сокращения времени подготовки фотометра к работе при закрытой крышке кюветного отделения после включения тумблера «СЕТЬ» последовательно два раза с интервалом 20–30 секунд нажать клавишу «D». После звукового сигнала и появления надписи «ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ» фотометр готов к работе. При этом погрешность измерений не нормируется.

II. Порядок работы при измерении оптической плотности.

1. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений длину волны.

2. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» и исследуемым раствором. Кювету с «холостой пробой» установить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо.

3. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левое положение, при этом в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой». Закрывать крышку кюветного отделения.

4. Клавишей выбора режима «С» выбрать режим измерения «А – ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ». Нажать клавишу #. На нижнем индикаторе на верхней строке должно отобразиться «ГРАДУИРОВКА», через 3-5 секунд данная надпись исчезает и вместо нее отображается «ИЗМЕРЕНИЕ», на нижней строке – «А = 0,000 ± 0,002». Если значение «0,000» отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу #.

5. Рукоятку кюветодержателя установить вправо до упора. При этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На нижнем индикаторе отображается значение оптической плотности исследуемого раствора.

6. Операции по п. 5. повторить три раза. Значение оптической плотности исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

Приложение 7

ПОРЯДОК РАБОТЫ НА «КФК-3»

I. Подготовка прибора к работе.

1. Присоединить фотометр к сети 220 В.

2. Включить тумблер «СЕТЬ».

3. Нажать клавишу «ПУСК».

В результате на цифровом табло появится

– символ «Г»,

– соответствующее ему значение длины волны.

4. Проверить «0».

При **открытой крышке** кюветного отделения нажать клавишу «НУЛЬ». В результате на цифровом табло **справа** от мигающей запятой высвечивается значение; значение не должно превышать 0,200 и не должно быть меньше 0,005; **слева** – символ «0».

Если отсчет не укладывается в указанные пределы, следует добиться нужного значения с помощью резистора (только преподаватель или лаборант). Установку «0» проверить при нажатии клавиши «нуль».

II. Измерение оптической плотности («Е»).

1. Установить в кюветное отделение кювету с растворителем или контрольным раствором, по отношению к которому производится измерение, и кювету с исследуемым раствором.

Жидкость в кюветы доливать до метки !!!

Нельзя касаться пальцами рабочих участков поверхности кювет!!!

2. Кювету с растворителем или контрольным раствором установить **в дальнее** гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – **в ближнее** гнездо.

3. В световой пучок установить кювету с растворителем: рукоятка 2 (рис. 14) отводится влево до упора.

4. Установить ручкой 1 (рис. 14) длину волны, на которой проводятся измерения раствора. Длина волны высветится на верхнем цифровом табло.

5. **Установку длин волн необходимо** выполнять подводкой со **стороны коротких волн к более длинным**. Если при установке значение длины волны перешло требуемое – вновь вернуться на 20–30 нм к более коротким волнам и повторно подвести к требуемому значению длины волны.

6. При **закрытой крышке** кюветного отделения нажать клавишу «Г».

На нижнем цифровом табло слева от мигающей запятой высветится символ «Г».

7. Нажать клавишу «Е». **Слева** от мигающей запятой высветится соответственно символ «Е», а **справа** от мигающей запятой – соответственно значения «0,000 ±0,002», означающие, что отсчет (начальный отсчет) оптической плотности (0,000) установился на фотометре **правильно**.

8. Если отсчет «0,000±0,002» установился с большим отклонением, нажать клавишу «Г» или «Е» **повторно, соблюдая небольшую паузу (3-5 сек)**.

9. Открыть крышку кюветного отделения и:

– нажать клавишу «НУЛЬ»,

– закрыть крышку,

– нажать клавишу «Е».

10. Затем рукоятку 2 (рис. 14) установить вправо до упора, при этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. Отсчет производится на световом табло.

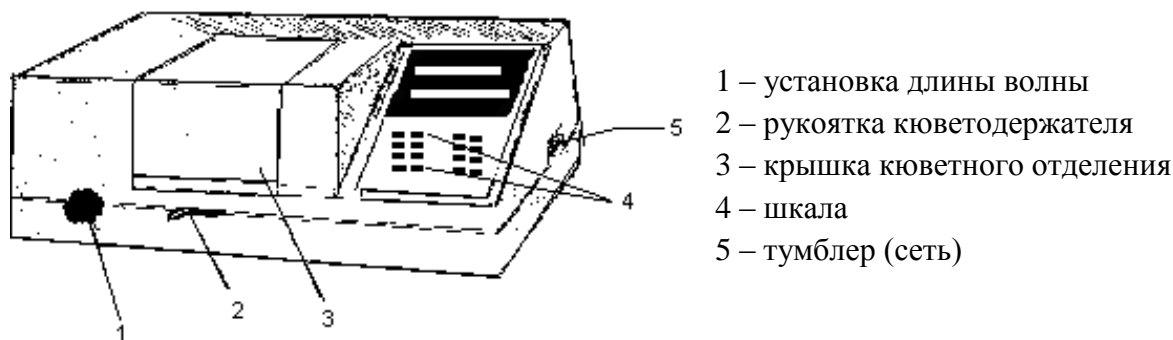


Рис. 14
Общий вид фотоэлектроколориметра

Измерение показателя преломления прозрачной жидкости с использованием рефрактометра

1. Поставить прибор у окна или у лампы так, чтобы лучи света падали на переднюю (наклонную) часть прибора.
2. Поднять крышку на верхней призме и открыть с левой стороны прибора круглую заглушку. В окуляре должно быть видны поле с перекрестием и измерительная шкала.
3. Отстегнуть с правой стороны блока призм защелку и, поворачивая вокруг оси, приподнять верхнюю призму. Очистить поверхности призм мягкими прикосновениями мягкой тряпочкой или фильтровальной бумаги.
4. Нанести стеклянной палочкой 1-2 капли исследуемой жидкости на стекло нижней призмы, опустить верхнюю призму и закрепить ее застежкой.
5. Поворачивая правой рукой ближний к наблюдателю (чуть более нижний) маховичок и глядя в окуляр, вывести в область перекрестия границу света и тени.
6. Поворачивая другой (более дальний) маховичок, устранить, насколько возможно, разноцветность границы света и тени. Сделать границу максимально резкой и определенной.
7. Снова ближним маховичком подвести границу света и тени точно на перекрестие в окуляре.
8. Отсчитать на видимой в окуляре шкале коэффициент преломления жидкости: целые, десятые, сотые и тысячные доли величины определяют непосредственно по показаниям, десятитысячные доли оценивают на глаз.
9. Отстегнуть защелку, приподнять верхнюю призму. Промокнув кусочками фильтровальной бумаги, убрать со стекол остатки исследуемой жидкости. Затем мягко-мягко, нежно-нежно, чтобы не оцарапать поверхности призм, протирают стекла призм мягкой тряпочкой, смоченной спиртом.
10. При точных исследованиях делают не менее пяти измерений с одной жидкостью и вычисляют среднюю величину ее коэффициента преломления.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Основная литература

1. Аналитическая химия: учеб. для вузов: в 3 т. / ред. Л.Н. Москвин. – М.: Академия, 2010. – 365 с.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия: учеб. для вузов: в 2 кн. / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 383 с.
3. Вершинин В.И. Аналитическая химия: учеб. для вузов / В.И. Вершинин, И.В. Власова, И.А. Никифорова. – М.: Академия, 2011. – 443 с.
4. Основы аналитической химии: в 2 кн. / ред. Ю.А. Золотов. – М.: Академия, 2010. – 384 с.

Дополнительная литература

5. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учеб. пособие / М.А. Иванова, М.В. Белоглазкина, И.В. Богомолова, Е.В. Федоренко. – М.: Риор, 2006. – 289 с.
6. Жебентяев А.И. Аналитическая химия. Химические методы анализа: учеб. пособие для вузов / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек, И.Е. Талуть. – М.: Инфра-М, 2011. – 541 с.
7. Алесковский В.Б. Физико-химические методы анализа / В.Б. Алесковский [и др.] – М.: Химия, 1988.
8. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач / под ред. В.П. Васильева [и др.]. – М.: Дрофа, 2006. – 319 с.
9. Барковский В.Ф. Основы физико-химических методов анализа / В.Ф. Барковский, Т.Б. Городовцева, Н.Б. Торопова. – М.: Высшая школа, 1983.
10. Дорохова Е.Н. Задачи и вопросы по аналитической химии / Е.Н. Дорохова, Г.В. Прохорова. – М.: Изд-во МГУ, 1984. – 216 с.
11. Пилипенко А.Т. Аналитическая химия: учеб. пособие для хим. спец. вузов: в 2 кн. / А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий. – М.: Химия, 1990.
12. Пономарев В.Д. Аналитическая химия / В.Д. Пономарев. – М.: Высш. школа, 1982. – 288 с.
13. Посыпайко В.И. Химические методы анализа: учеб. пособие для студ. вузов. / В.И. Посыпайко, Н.А. Козырева, Ю.П. Логачева. – М.: Высшая школа, 1989. – 448 с.
14. Краткий справочник физико-химических величин / под ред. А.А. Равделя, А.М. Пономаревой. – СПб.: Специальная литература, 1999.
15. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия, 1989.
16. Рабинович В.А. Краткий химический справочник / В.А. Рабинович, З.Я. Хавин. – Л.: Химия, Ленинградское отделение, 1991.
17. Справочные материалы по химии / сост. Е.Г. Турбина, В.А. Сычев, С.Г. Левина [и др.]. – Изд. 2-е, испр. и доп. – Челябинск: Изд-во ЧГПУ, 2004. – 140 с.
18. Химическая энциклопедия: в 5 т. – М.: Советская энциклопедия, 1988.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Общие указания к выполнению лабораторных работ	4
Инструкция по технике безопасности при работе с электроприборами и химическими реактивами	4
КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ	
Анализ смеси катионов методом экстракции	5
<i>ЛР 1.</i> Разделение катионов методом экстракции. Анализ смеси катионов Hg^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+}	5
Разделение и анализ смеси катионов хроматографическим методом. Хроматография на бумаге	8
<i>ЛР 2.</i> Разделение смеси катионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} методом бумажной хроматографии и качественное их определение (нисходящая хроматография)	9
Школьный вариант <i>ЛР 2.</i> Разделение смеси катионов методом восходящей бумажной хроматографии	11
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ	
Потенциометрия как электрохимический метод анализа	14
<i>ЛР 3.</i> Прямое потенциметрическое определение концентрации ионов водорода и рН растворов. Изучение буферного действия ацетатной буферной смеси	14
<i>ЛР 4.</i> Потенциметрическое титрование по методу нейтрализации. Определение содержания HCl в растворе	17
Оптические методы анализа	20
<i>ЛР 5.</i> Фотокolorиметрическое определение хлорида кобальта	20
<i>ЛР 6.</i> Определение никеля диметилглиоксимом в присутствии окислителей, в отсутствии посторонних ионов	25
Кинетические методы анализа	30
<i>ЛР 7.</i> Сравнение трех вариантов определения сульфат-иона хронатурбидиметрическим методом	30
Хроматографические методы анализа. Ионообменная хроматография	36
<i>ЛР 8.</i> Разделение ионов никеля и цинка методом ионообменной хроматографии и их количественное определение	38
Рефрактометрические методы анализа	45
<i>ЛР 9.</i> Исследование зависимости коэффициента преломления раствора сахарозы от концентрации	46
<i>ЛР 10.</i> Рефрактометрическое определение содержания крахмала в картофеле	49
<i>ЛР 11.</i> Рефрактометрическое и пикнометрическое определение этилового спирта и сахарозы в водном растворе	51
Задания для внеаудиторной работы студентов	54
Буферные системы. Потенциометрия	54
Фотометрия	56
Приложения	57
<i>Приложение 1.</i> Вопросы к конференции «Современные методы инструментального (физико-химического) анализа»	57
<i>Приложение 2.</i> Вопросы к коллоквиуму «Теория физико-химического анализа»	57
<i>Приложение 3.</i> Электродные потенциалы стандартных электродов	58
<i>Приложение 4.</i> Измерение рН с помощью прибора «АНИОН»	59
<i>Приложение 5.</i> Измерение рН с помощью прибора «ЭКСПЕРТ»	59
<i>Приложение 6.</i> Порядок работы на КФК–3–01	60
<i>Приложение 7.</i> Порядок работы на «КФК–3»	61
<i>Приложение 8.</i> Измерение показателя преломления прозрачной жидкости с использованием рефрактометра	63
Рекомендуемая литература	64

Учебное издание

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Рабочая тетрадь

Составители

Карпенко Ирина Геннадьевна

Лисун Наталья Михайловна

Работа рекомендована РИСом университета.

Протокол № 15 от 2017 г.

Издательство ЮУрГГПУ

454080, г. Челябинск, пр. Ленина, 69

Эксперт В.А. Сычев

Редактор О.В. Угрюмова

Компьютерная верстка О.М. Нежиренко

Бумага типографская

Объем 2,28 уч.-изд. л. (5,7 п. л.)

Формат 60x84/8

Подписано в печать 1.03.2017

Тираж 100 экз.

Заказ №

Отпечатано с готового оригинал-макета

в типографии ЮУрГГПУ

454080, г. Челябинск, пр. Ленина, 69