

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
ИРКУТСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ
Филиал ФГБОУ ВО ИРНИТУ в г. Усолье-Сибирском

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель директора по учебной работе

 О.В. Черепанова
« 20 » 10 2022 г.

**МДК.01.01 Основы аналитической химии и физико-химических методов
анализа**

Методические указания по выполнению лабораторных работ

Специальность	18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений
Квалификация	Техник
Форма обучения	Очная
Год набора	2021

2022 г.

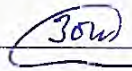
Методические указания по МДК.01.01 Основы аналитической химии и физико-химических методов анализа в соответствии с рабочей программой.

Составитель:

Кириллова Лидия Евгеньевна, преподаватель

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к утверждению на заседании цикловой комиссии химических технологий и автоматизации производства

Протокол № 2 от «19» 10 2022 г.

Председатель ЦК  Ю.А. Зыкова

Согласовано:

Заведующий практиками

«20» 10 2022 г.

 Ю.С. Тимошенко

Введение

Методические указания составлены в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом среднего профессионального образования по специальности 18.2.12 Технология аналитического контроля химических соединений.

Общей целью методических указаний является освоение знаний и овладение умениями и навыками по дисциплине.

Требования к знаниям, умениям, общим и профессиональным компетенциям:

Перечень общих компетенций

Код	Наименование общих компетенций
ОК 01	Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности применительно к различным контекстам
ОК 02	Использовать современные средства поиска, анализа и интерпретации информации и информационные технологии для выполнения задач профессиональной деятельности;
ОК 03	Планировать и реализовывать собственное профессиональное и личностное развитие, предпринимательскую деятельность в профессиональной сфере, использовать знания по финансовой грамотности в различных жизненных ситуациях
ОК 04	Эффективно взаимодействовать и работать в коллективе и команде;
ОК 05	Осуществлять устную и письменную коммуникацию на государственном языке Российской Федерации с учетом особенностей социального и культурного контекста;
ОК 06	Проявлять гражданско-патриотическую позицию, демонстрировать осознанное поведение на основе традиционных общечеловеческих ценностей, в том числе с учетом гармонизации межнациональных и межрелигиозных отношений, применять стандарты антикоррупционного поведения;
ОК 07	Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, применять знания об изменении климата, принципы бережливого производства, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях;
ОК 09	Пользоваться профессиональной документацией на государственном и иностранном языках.

Перечень профессиональных компетенций

Код	Профессиональные компетенции
ПК 1.1	Оценивать соответствие методики задачам анализа по диапазону измеряемых значений и точности.
ПК 1.2	Выбирать оптимальные методы анализа.
ПК 1.3	Подготавливать реагенты, материалы и растворы, необходимые для анализа
ПК 1.4	Работать с химическими веществами и оборудованием с соблюдением отраслевых норм

В результате освоения профессионального модуля обучающийся должен:

Иметь практический опыт	ПО 1 В оценивании соответствия методики задачам анализа по диапазону измеряемых значений и точности; ПО 2 выбора оптимальных методов исследования; ПО 3 выполнения химических и физико-химических анализов; ПО 4 приготовление реагентов, материалов и растворов, необходимых для проведения анализа; ПО 5 выполнение работ с химическими веществами и оборудованием с соблюдением отраслевых норм и экологической безопасности.
Уметь	У1 выбирать оптимальные технические средства и методы исследований; У2 подготавливать объекты исследований; У3 использовать выбранный метод для исследуемого объекта; У4 классифицировать исследуемый объект; У5 работать с нормативной документацией на методику анализа; У6 оценивать метрологические характеристики методики; У7 оценивать метрологические характеристики лабораторного оборудования; У8 измерять аналитический сигнал и устанавливать зависимость сигнала от концентрации определяемого вещества; У9 выполнять химические и физико-химические методы анализа; У10 осуществлять подготовку лабораторного оборудования; У11 проводить приготовление растворов, аттестованных смесей и реагентов с соблюдением техники лабораторных работ; У12 выполнять необходимые расчеты для приготовления реагентов, материалов и растворов; У13 выполнять стандартизацию растворов; У14 выбирать основное и вспомогательные оборудование, посуду, реактивы; У15 организовывать рабочее место в соответствии с требованиями нормативных документов и правилами охраны труда; У16 использовать оборудование и средства измерения строго в соответствии с инструкциями заводо-изготовителей; У17 соблюдать безопасность при работе с лабораторной посудой и приборами;

	У18 соблюдать правила хранения, использования и утилизации химических реактивов; У 19 использовать средства индивидуальной и коллективной защиты; У20 соблюдать правила пожарной и электробезопасности.
Знать	31 основные методы анализа химических объектов; 32 принципы выбора методики анализа конкретного объекта в зависимости от его предполагаемого химического состава; 33 современные автоматизированные методы анализа промышленных и природных образцов; 34 нормативную документацию на методику выполнения измерений; 35 нормативные документы, регламентирующие метрологические характеристики измерений; 36 метрологические характеристики химических методов анализа; 37 метрологические характеристики основных видов физико-химических методов анализа; 38 метрологические характеристики лабораторного оборудования; 39 классификация химических методов анализа; 310 классификация физико-химических методов анализа; 311 теоретических основ химических и физико-химических методов анализа; 312 методы расчета концентрации вещества по данным анализа; 313 лабораторное оборудование химической лаборатории; 314 основные требования к методам и средствам аналитического контроля: требования к предоставлению результатов анализа, средствам измерений, к вспомогательному оборудованию; 315 нормативную документацию по приготовлению реагентов, материалов, растворов, оборудования и посуды; 316 способы выражения концентрации растворов, способы стандартизации растворов; 317 технику выполнения лабораторных работ; 318 правила охраны труда при работе в химической лаборатории; 319 правила использования средств индивидуальной и коллективной защиты; 320 правила хранения, использования, утилизации химических реактивов; 321 правила охраны труда при работе с лабораторной посудой и оборудованием; 322 правила охраны труда при работе с агрессивными средами и легковоспламеняющимися жидкостями;

	323 - основные нормативные документы, регламентирующие погрешности результатов измерений 324 - классификация химических веществ.
--	---

Общее количество часов на выполнение лабораторных работ – 140.

Информационное обеспечение обучения

Перечень основной и дополнительной литературы, электронных ресурсов

Основная литература:

1. Александрова Э. А. Аналитическая химия : в 2 кн. Кн. 1. Химические методы анализа : учебник и практикум для СПО / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2021. – 533 с. URL: <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-1-himicheskie-metody-analiza-469490#page/1>
2. Александрова Э. А. Аналитическая химия : в 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа : учебник и практикум для СПО / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2021. – 344 с. URL: <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-2-fiziko-himicheskie-metody-analiza-469489#page/2>
3. Валова (Копылова) В. Д. Физико-химические методы анализа : практикум / В. Д. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе. – 2-е изд., стер. – Москва : Дашков и К°, 2020. – 220 с. URL: <https://znanium.com/read?id=358363>

Дополнительная литература:

4. Остапова Е. В. Аналитическая химия. Химические методы анализа: лабораторный практикум : учебное пособие / Е. В. Остапова, Е. А. Макаревич. – Кемерово : КузГТУ им. Т.Ф. Горбачева, 2020. – 76 с. URL: <https://reader.lanbook.com/book/145129#1>
5. Суделовская А. В. Основы аналитической химии : учебное пособие для практических занятий студентов факультета СПО / А. В. Суделовская. – Брянск : Брянский государственный аграрный университет, 2019. – 126 с. URL: <https://profspo.ru/webreader/web/viewer.php?publicationId=books/107911>
6. Вестник Тверского государственного университета. Серия: Химия. – Тверь : Тверской государственный университет URL: <https://elibrary.ru/contents.asp?titleid=27628>
7. Universum: Химия и биология : научный журнал. – Москва : Международный центр науки и образования URL: <https://elibrary.ru/contents.asp?titleid=50468>

Электронные ресурсы:

Российские ресурсы:

1. Электронная библиотека ИРНИТУ: <http://elib.istu.edu/>
2. Электронно-библиотечная система «Лань»: <http://e.lanbook.com/>
3. ЭБС Юрайт: <https://urait.ru/>
4. Научные электронные журналы на платформе eLIBRARY.RU: <http://elibrary.ru/>
5. ЭБС PROФобразование: www.profspo.ru/
6. ЭБС Znanium.com: <http://znanium.com/>
7. ЭБС «Академия»: <http://www.academia-moscow.ru/>

База данных Springer Nature Experiments (ранее Springer Protocols): <https://experiments.springernature.com/>

Доступ из внутренней сети вуза

Wiley Online Library: <http://onlinelibrary.wiley.com/>

Доступ из внутренней сети вуза

Общие требования к отчетному материалу при проведении лабораторных работ по МДК.01.01

Каждый обучающийся обязан вести лабораторный журнал (тетрадь), на первой странице которого указываются фамилия, инициалы, курс, группа, учебный год и название лабораторного практикума. Все записи в журнале должны быть четкими и аккуратными. При выполнении работы в журнал заносятся дата, номер, название лабораторной работы, цель, необходимые приборы и реактивы, краткое теоретическое обоснование, последовательность выполнения операций. Результаты взвешивания, титрования записываются только в журнал! Пользоваться отдельными листами для записи запрещается, т.к. это приводит к потере результатов анализа. Записи проводят чернилами, не стирая и не исправляя; в случае ошибки цифру зачеркивают, поясняя рядом причину исправления. Все уравнения реакций, таблицы, наблюдения, формулы и расчеты по ним приводятся так же в лабораторном журнале. Графики строятся на миллиметровой бумаге или в программе Excel с точным обозначением величин на осях координат и указанием единиц измерения; (снабжаются надписями; на графиках проставляется дата выполнения), и вклеиваются в журнал.

Форма контроля:

При завершении работы отчет по лабораторной работе подписывается у преподавателя, оформляется и сдается преподавателю на проверку.

Общие критерии оценки

5 баллов – выставляется в случае полного выполнения всего объема работы, отсутствия ошибок в расчетах, отчет выполнен согласно требованиям (приложение А), обучающийся показывает отличные знания теоретического материала, полные и правильные ответы на

контрольные вопросы.

4 балла – выставляется в случае полного выполнения всего объема работы, есть несущественные ошибки в оформлении отчетного материала, в знании теоретического материала, не всегда полные и уверенные ответы на контрольные вопросы.

3 балла – выставляется в случае полного выполнения в основном всего объема работы, небрежное выполнение практического задания и оформление отчета, пробелы в знании теоретического материала, при наличии ошибок, которые не оказали существенного влияния на окончательный результат, а также за работу, выполненную несвоевременно по неважной причине.

2 балла – допущены принципиальные ошибки в вычислениях: перепутаны формулы, нарушена последовательность выполнения вычислений, работа выполнена крайне небрежно и т.п.

В табл. 1 представлен перечень лабораторных работ

Таблица 1

Перечень лабораторных работ

№	Тема	Номер и название работы	Коды требований к результатам освоения дисциплины	Количество часов
4 семестр				
1	Тема 1.3 Гравиметрический метод анализа	Лабораторная работа № 1 «Определение Сульфат-иона методом осаждения хлоридом бария»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4	4
2		Лабораторная работа № 2 «Определение зольного остатка угля»		3
3		Лабораторная работа № 3 «Определение сульфатной золы».		3
4	Лабораторная работа № 4 «Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате»	4		
5	Тема 1.4 Титриметрический анализ	Лабораторная работа № 5 «Определение карбоната натрия»		4
6		Лабораторная работа № 6 «Определение хлорид-ионов методом Мора»		4
7		Лабораторная работа № 7 «Определение кальция и магния при их совместном присутствии»		4
8		Лабораторная работа № 8 «Определение содержания меди методом йодометрии»		4
Итого 4 семестр				30 ч.
5 семестр				
9	Тема 2.2 Методы разделения и концентрирования	Лабораторная работа № 9 «Использование экстракции в количественном определении»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	2
10		Лабораторная работа № 10 «Подготовка пробы методом сплавления»		2
11		Лабораторная работа № 11 «Подготовка пробы методом измельчения и просеивания»		2
12	Тема 2.3 Спектроскопические методы	Лабораторная работа № 12« «Определение содержания меди в растворе фотоколориметрическим методом»		4

13	анализа.	Лабораторная работа № 13 «Выбор толщины поглощающего слоя и построение калибровочного графика при анализе солей кобальта »		4
14		Лабораторная работа № 14 «Выбор максимума поглощения и определение содержания ацетона в водном растворе спектрофотометрическим методом»		4
15		Лабораторная работа № 15 Определение хрома спектрофотометрически»		4
16		Лабораторная работа № 16 «Определение хрома и марганца при совместном присутствии»		4
17		Лабораторная работа № 17 «Определение железа (III) в растворах методом добавок»		4
18		Лабораторная работа № 18 «Определение алюминия в воде»		4
19		Лабораторная работа № 19 «Определение концентрации общего железа в воде фотометрическим методом с применением сульфосалициловой кислоты»		4
20		Лабораторная работа № 20 «Определение концентрации общего железа в воде фотометрическим методом с применением о-фенантролина»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	4
21		Лабораторная работа № 21 «Турбидиметрическое определение сульфат-иона»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	4
22	Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия	Лабораторная работа № 22 «Идентификация различных органических веществ рефрактометрическим методом»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	2
23		Лабораторная работа № 23 «Определение содержание хлорида натрия в рассолах по калибровочному графику»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	4

24		Лабораторная № 24 «Определение концентрации различных веществ рефрактометрическим методом (глицерин, уротропин, раствор хлорида кальция, бромида калия и др.)»		4
25		Лабораторная работа № 25 «Определение концентрации глюкозы в фармацевтических препаратах рефрактометрическим и поляриметрическим методами»		4
Итого 5 семестр				60 ч.
6 семестр				
26	Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия	Лабораторная работа № 26 «Определение концентрации сахара при помощи сахариметра универсального»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	5
27		Лабораторная работа № 27 «Поляриметрическое определение оптически активного вещества		5
Итого 6 семестр				10 ч.
7 семестр				
28	Тема 2.5 Электрохимические методы анализа	Лабораторная работа № 28 «Градуировка рН-метра по буферным растворам и определение рН дистиллированной и водопроводной воды»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	4
29		Лабораторная работа №29 «Определение поправочного коэффициента кислоты хлористоводородной по карбонату натрия методом потенциометрического титрования»		4
30		Лабораторная работа № 30 «Определение водорастворимых кислот и щелочей в нефтепродуктах»		4

31		Лабораторная работа № 31 «Определение содержание солей по электропроводности растворов»	ОК 01-07, 09 ПК 1.1-1.4.	4
32		Лабораторная работа № 32 «Определение содержания вещества методом кондуктометрического титрования»		4
33		Лабораторная работа 33 «Определение массовой доли фармацевтических препаратов методом кулонометрии»		4
34	Тема 2.6 Хроматографический анализ	Лабораторная работа № 34 «Определение содержания алканов в модельной смеси методом газожидкостной хроматографии»		4
35		Лабораторная работа № 35 «Определение содержания в растворе нейтральных солей методом ионообменной хроматографии»		4
36		Лабораторная работа № 36 «Разделение и обнаружение веществ методом тонкослойной хроматографии»		4
37		Лабораторная работа 37 «Разделение железа (III) и меди (II) методом бумажной хроматографии»		4
Итого 8 семестр				40
ВСЕГО, из них				140
на практическую подготовку				140

Лабораторная работа № 1

«Определение Сульфат-иона методом осаждения хлоридом бария»

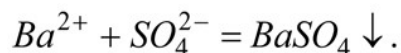
Тема 1.3 Гравиметрический метод анализа

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: освоить метод гравиметрического анализа - осаждение.

Задача: определить содержание сульфат -иона методом осаждения.

Определение серы в растворимых сульфатах основано на осаждении кристаллического осадка по уравнению



Осадок выделяют из нагретого слабокислого раствора, отфильтровывают и прокаливают при температуре от 700 до 900 °С. Весовой формой служит BaSO₄.

Приборы:

муфельный шкаф;
сушильный шкаф;
аналитические весы;
электроплитка.

Посуда:

химический стакан емкостью 300-400 мл (1 шт);
химический стакан емкостью 100 мл (1 шт);
мерные цилиндры емкостью 100 мл (1 шт);
пипетка емкостью 10 мл (1 шт);
стеклянная палочка с резиновым наконечником;
штатив с кольцом;
воронка.

Реактивы:

раствор хлорида бария (5% -ный);
раствор соляной кислоты(2М);
раствор AgNO₃ (1%-ный);
раствор азотной кислоты(1М);
фильтры с синей лентой.

Методика проведения работы:

На аналитических весах возьмите точную навеску (0,3–0,4г) анализируемого вещества, указанного преподавателем, перенесите ее в стакан емкостью 300 – 400 мл, в который помещена стеклянная палочка, растворите в 100 - 150 мл воды, добавьте 2 - 3 мл раствора соляной кислоты и нагрейте почти до кипения. В стакан емкостью 100 мл поместите 15 мл раствора хлорида бария, добавьте 45 мл воды и нагрейте почти до кипения одновременно с первым стаканом. Затем осадитель медленно прибавляйте по каплям при постоянном перемешивании (старайтесь не задевать палочкой стенки и дно стакана). Проверьте полноту осаждения, добавляя несколько капель осадителя по стенке стакана. Если при этом наблюдается появление мути, то приливают еще несколько миллилитров хлорида бария. Затем стакан закрывают часовым стеклом или фильтровальной бумагой и оставляют не менее чем на 12 ч.

В стеклянную воронку поместите фильтр (синяя лента), смочите его дистиллированной водой, а затем запарьте горячей водой. Через фильтр сначала отфильтруйте надосадочную жидкость, фильтрат отбросьте (вылейте). Осадок 2 -3 раза промойте методом декантации, добавляя небольшими порциями холодной дистиллированной воды, отстаивая и фильтруя опять надосадочную жидкость, затем перенесите осадок на фильтр с помощью небольших порций воды. Частицы осадка, приставшие к стенкам стакана, снимают палочкой с резиновым наконечником. Осадок на фильтре промойте 3-4 раза дистиллированной водой из промывалки и проверьте промывные воды на содержание хлорид – ионов. Для этого на часовое стекло поместите каплю фильтрата, каплю азотной кислоты и азотнокислого серебра, если опалесценция отсутствует, фильтр с воронкой на 10 - 15 минут поместите в сушильный шкаф. Слегка влажный фильтр с осадком осторожно сверните и

поместите в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель. Тигель помещают на плитку и нагревают до обугливания фильтра под вытяжкой, затем прокаливают до постоянной массы в муфельном шкафу при температуре 700–800 °С. Тигель с золой охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах, проводят расчеты, как указано выше, учитывая массу фильтра.

Лабораторная работа № 2

«Определение зольного остатка угля»

Тема 1.3 Гравиметрический метод анализа

Количество часов на выполнение – 3

Цель работы: определить зольность каменного угля.

Задание: провести анализ образца каменного угля

Сущность метода заключается в озолении навески топлива в муфеле и прокаливании зольного остатка до постоянной массы при температуре 800-825 °С для углей и 850-875 °С для горючих сланцев и определении массы зольного остатка в процентах к массе навески топлива.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации ГОСТ 11022-95 Топливо твердое минеральное.

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по **ГОСТ 11022-95 Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности**

Лабораторная работа № 3

«Определение сульфатной золы».

Тема 1.3 Гравиметрический метод анализа

Количество часов на выполнение – 3

Цель работы: определить содержание сульфатной золы в анализе.

Задание: провести анализ образца.

Сущность метода заключается в том, что массу образца сжигают до углистого остатка. После охлаждения остаток обрабатывают концентрированной серной кислотой и прокаливают при 775 °С до полного окисления углерода. Затем золу охлаждают, снова обрабатывают разбавленной серной кислотой и прокаливают при 775 °С до постоянной массы..

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту **НЕФТЕПРОДУКТЫ.**

Метод определения сульфатной золы ГОСТ 12417-94 (ИСО 3987-80)

Лабораторная работа № 4

«Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате»

Тема 1.3 Гравиметрический метод анализа

Количество часов на выполнение - 4

Цель работы: определить содержание кристаллизационной воды в кристаллогидрате.

Задание: провести определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате, указанном преподавателем.

Приборы и реактивы, посуда:

муфельная печь или сушильный шкаф;
прокаленные до постоянной массы тигли или просушенные до постоянной массы бюксы;
аналитические весы и разновес 2 класса точности;
анализируемое вещество (выбирается преподавателем).

Методика проведения работы:

Потеря в массе при высушивании. В предварительно высушенный и взвешенный бюкс помещают около 1 г анализируемого вещества и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г (точная навеска, т.н.). Бюкс переносят в сушильный шкаф, ставят крышку на ребро и проводят высушивание в течение 1,5 – 2 ч при температуре от 100 до 120 °С (в зависимости от свойств анализируемого вещества температура может быть выбрана иной). После высушивания бюксы переносят в эксикатор, охлаждают в течение 30 мин и взвешивают на аналитических весах. Результаты заносятся в табл. 1. Затем высушивание повторяют в течение 1 ч и далее как в предыдущем случае. Если второе взвешивание отличается от первого не более чем на 0,0005 г, то вещество считается высушенным до постоянной массы. Если различие между двумя взвешиваниями больше, то высушивание продолжают до постоянной массы.

Расчет проводят по формуле

$$C_{\%} = (m_1 - m_2)100\% / m_1,$$

где m_1 - масса навески анализируемого вещества, г;

m_2 – масса навески после высушивания, г.

Результаты анализа записывают в табл. 1.

Таблица 1

Результаты анализа	Проба 1	Проба 2	Проба 3
Масса пустого бюкса, г			
Масса бюкса с навеской, г			
Масса навески, г			
Масса бюкса с навеской после высушивания: 1– взвешивание, г 2 – взвешивание, г			
Потеря в массе при высушивании, %			
Среднее значение, %			

Контрольные вопросы

- Классификация методов гравиметрического анализа (методы выделения, отгонки, осаждения).
- Взвешивание на аналитических весах. Понятие «точная навеска», высушивание (прокаливание до постоянной массы).
- Требования к реакциям, используемым в методе осаждения. Произведение растворимости (ПР), его роль в процессе осаждения.
- Условия осаждения кристаллических и аморфных осадков.
- Осаждаемая и весовая формы осадка. Аналитический фактор (множитель) F.
- Порядок и техника выполнения лабораторных работ в методе осаждения.
- Виды загрязнений осадков.
- Методы расчета в гравиметрическом анализе.
- Определение зольности объекта.

Лабораторная работа № 5

«Определение карбоната натрия»

Тема 1.4 Титриметрический анализ

Количество часов на выполнение - 4

Цель работы: приготовить рабочий раствор кислоты хлороводородной и определить его концентрацию по установочному веществу и определить содержание карбоната натрия в образце.

Задание: провести определение содержания карбоната натрия в образце.

Посуда:

бюретка на 25 мл (1 шт.);

мерная колба емкостью 500 мл или 1000 мл (1 шт.);

мерный цилиндр емкостью 100 мл (1 шт.);

ареометр;
бюкс или часовое стекло для взятия навески;
колбы конические емкостью 150 – 250 мл (3 шт.);
пипетка емкостью 10 мл (1 шт.).

Реактивы:

кислота хлороводородная концентрированная, ч.д.а.;
натрия карбонат, ч.д.а. или х.ч.;
индикатор - метиловый оранжевый (0,1%-ный в воде;
индикатор – фенолфталеин (1,0%-ный в спирте).

В основе метода кислотно-основного титрования лежит реакция нейтрализации, которая может быть выражена следующим ионным уравнением:



Этим методом пользуются для количественного определения кислот, оснований, солей слабых кислот или оснований. Применяя специальные приемы титрования, можно дифференцированно титровать смеси сильных, слабых и очень слабых кислот, а также смеси оснований и солей в водных и неводных растворах.

Методика проведения работы:

Приготовление 0,1н раствора соляной кислоты

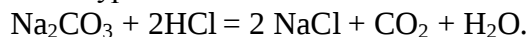
Измерьте плотность соляной кислоты ареометром и по справочной таблице определите ее концентрацию. Рассчитайте количество кислоты, необходимое для приготовления 500 мл 0,1н раствора. Вычисленный объем кислоты увеличьте на 5% , отмерьте с помощью мерного цилиндра или пипетки, перенесите его в мерную колбу емкостью 500 мл, разбавьте его водой при перемешивании и доведите до метки, закройте пробкой и тщательно перемешайте полученный рабочий раствор.

Установите его нормальность или поправочный коэффициент.

Установка титра 0,1н раствора соляной кислоты по карбонату натрия

Способ 1. Метод отдельных навесок. Возьмите три навески около 0,10 г (т.н.) карбоната натрия, предварительно высушенного при 300 °С до постоянной массы, растворите в 50 мл дистиллированной воды и титруйте приготовленным раствором соляной кислоты с индикатором метиловым оранжевым до появления розовато–оранжевого окрашивания.

В этом случае реакция идет по уравнению



Рассчитайте концентрацию раствора по формуле

$$C_n = N = m \cdot 1000 / M_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) V (\text{HCl}),$$

где m – масса, взятой навески натрия карбоната , г;

$M_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ – молярная масса эквивалента натрия карбоната, г/моль;

$V (\text{HCl})$ – объем раствора, пошедшего на титрование, мл;

1000 – количество миллилитров в 1 л раствора.

Определите средний результат трех определений.

При определении поправочного коэффициента раствора титранта используется тот индикатор, который применяется для титрования определяемого вещества. Поэтому

проведите аналогичное определение концентрации титранта с индикатором - фенолфталеином. Титрование проводите до исчезновения розовой окраски. В этом случае реакция идет по уравнениям:

1. $\text{NaOH} + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$, если установочное вещество – NaOH;
2. $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{HCl} = \text{NaHCO}_3 + \text{NaCl}$, если установочное вещество - Na_2CO_3 .

Рассчитайте поправочный коэффициент

$$K = C_{\text{н}} \text{ практ.} / C_{\text{н}} \text{ теор.} = T_{\text{практ.}} / T_{\text{теор.}}$$

Полученным раствором 0,1 н раствором кислоты оттитруйте практическую задачу, уточнив у преподавателя концентрацию исследуемого раствора, рассчитайте ошибку определения.

Определение содержания карбоната натрия

Возьмите три навески около 0,10 г (т.н.) образца карбоната натрия, предварительно высушенного при 300 °С до постоянной массы, растворите в 50 мл дистиллированной воды и титруйте приготовленным раствором соляной кислоты с индикатором метиловым оранжевым до появления розовато-оранжевого окрашивания.

Расчет проводят по формуле

$$m_{(\text{о.в.})\%} = K T_{\text{т/о.в.}} V_{\text{т}} 100\% / m_{(\text{нав.})},$$

где K – поправочный коэффициент;

$T_{\text{т/о.в.}}$ – титр по определяемому веществу, г/мл;

$V_{\text{т}}$ – объем титранта, мл;

$m_{(\text{нав.})}$ – масса навески, г.

Определите средний результат трех определений.

Контрольные вопросы

1. Какие требования предъявляются к реакциям в объемном анализе?
2. Как выражают концентрацию растворов в титриметрическом анализе? Дайте определение понятий: титр, титр по определяемому веществу, нормальность, поправочный коэффициент.
3. Как классифицируют методы кислотно-основного титрования в зависимости от титранта?
4. Какие титранты используются в кислотно-основном титровании и как проводится их стандартизация (установочные вещества, методы пипетирования и отдельных навесок)?
5. Какой вид имеют кривые титрования: а) сильной кислоты сильным основанием и наоборот; б) слабой кислоты сильным основанием; в) слабого основания сильной кислотой? В какой области находится точка эквивалентности?
6. Как можно подобрать индикатор для кислотно-основного титрования?
7. Какие ошибки наблюдаются при кислотно-основном титровании?
8. Приведите формулы для расчета результатов титрования: прямого, обратного, по методу замещения.

Лабораторная работа № 6

«Определение хлорид-ионов методом Мора»

Тема 1.4 Титриметрический анализ

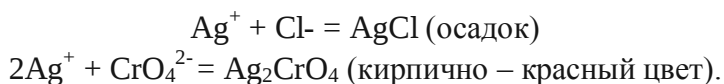
Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: определить содержание хлорид-ионов методом аргентометрии

Задача: стандартизовать раствор нитрата серебра и определить содержание хлорида натрия в образце.

Оборудование и реактивы описаны в методике,

Метод основан на прямом титровании раствора, содержащего хлорид – ионы стандартным раствором нитрата серебра в присутствии индикатора – хромата калия. Применение хромата калия в качестве индикатора основано на способности CrO_4^{2-} давать с Ag^+ кирпично – красного цвета осадок Ag_2CrO_4 , который в определенных условиях начинает выпадать лишь после того, как определяемые Cl^- ионы будут практически полностью осаждены в виде AgCl .



Методика проведения работы:

Приготовление титранта 0.05 моль/л раствора.

Нитрат серебра не относится к тем веществам, из которых можно приготовить раствор заданной концентрации по точно взятой навеске. Поэтому готовят раствор примерно требуемой концентрации, а его титр устанавливают. Необходимую навеску (8.5 г AgNO_3 на 1 л раствора) отвешивают с точностью до 0.1 г на технических весах, и нужное количество воды отмеривают мерным цилиндром. Раствор сохраняют в темноте, так как на свету нитрат серебра разлагается. Однако и при надлежащем хранении титр раствора AgNO_3 меняется с течением времени и его необходимо время от времени проверять.

Приготовление установочного раствора.

Для приготовления 0.05 моль/л, раствора NaCl отвешивают на аналитических весах 0.2922 г NaCl и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл. Растворяют навеску в дистиллированной воде, доводят раствор до метки и хорошо перемешивают. Таким образом получают раствор NaCl .

Определение титра нитрата серебра.

В качестве индикатора применяют 5 % раствор хромата калия K_2CrO_4 в воде. Наполняют бюретку раствором нитрата серебра AgNO_3 . Отобрав пипеткой 10 мл 0.05 моль/л раствора NaCl , переносят ее в колбу Эрленмейера вместимостью 250 мл, добавляют 0.5 мл раствора индикатора, немного разбавляют водой и медленно титруют 0.1 моль/л раствором AgNO_3 , непрерывно перемешивая жидкость до появления первого не исчезающего изменения цвета суспензии. Нужно уловить момент, когда лимонно-желтый цвет суспензии приобретет от капли AgNO_3 слегка красноватый оттенок. Запись анализа и расчеты производят так же, как при определениях кислотно-основным методом.

Определение хлорида в растворе.

Раствор хлорида помещают в мерную колбу на 100 мл, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Для титрования отбирают в коническую колбу 10 мл полученного раствора, немного разбавляют водой, добавляют 0.5 мл раствора K_2CrO_4 и титруют раствором AgNO_3 до изменения окраски содержимого колбы из лимонно-желтой в желто-розовую. Рассчитывают содержание хлора в полученном растворе (в граммах).

Контрольные вопросы

1. Какие требования предъявляются к реакциям в осадительном титровании?
2. Какие титранты используются в методе осадительного титрования?
3. Какие вещества определяются методом Мора?
4. Какие вещества определяются методом Фольгарда?
5. Какие вещества определяются методом Фаянса?
6. Какие индикаторы используются в методах осадительного титрования?
7. Дать сравнительную оценку методов Мора и Фольгарда при определении галогенидов.
8. Какие вещества можно определить методом меркурометрии?
9. Дать сравнительную характеристику методам меркурометрии и аргентометрии.
10. На каком принципе основаны методы осадительного титрования?

Лабораторная работа № 7

«Определение кальция и магния при их совместном присутствии»

Тема 1.4 Титриметрический анализ

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику анализа совместного присутствия кальция и магния.

Задача: Стандартизовать раствор трилона Б и определить содержание кальция и магния в пробе.

Посуда:

бюретка емкостью 25 мл (1 шт.);
пипетка емкостью 10 мл (2 шт.);
мерная колба емкостью 500 мл (1 шт.);
стаканчик для взвешивания;
воронка;
цилиндр мерный емкостью 10 мл;
мерные колбы или пипетки емкостью 50 и 100 мл;
колба коническая емкостью 250 мл (3 шт.).

Реактивы:

рабочий 0,05н раствор трилона Б;
стандартный раствор сульфата магния (0,05н);
аммиачный буферный раствор;
индикатор: хромоген черный или кислотный хром темно-синий;
вода дистиллированная.

Метод основан на образовании растворимых в воде комплексов двух-, трех-, четырехзарядными ионами металлов с титрованным раствором трилона Б (комплексон III) – динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты

Методика проведения работы:

Стандартизация раствора трилона Б (ЭДТА)

Раствор трилона Б стандартизуют по сульфату магния.

Для этого бюретку заполняют приготовленным раствором трилона Б, в колбу для титрования отбирают 10 мл стандартного раствора $MgSO_4$, прибавляют 50 мл дистиллированной воды, 5 мл аммиачного буферного раствора, 10-12 капель индикатора и титруют до изменения окраски индикатора от вишнево –красной в синюю. Титруют до получения сходимых результатов, берут среднее значение и рассчитывают нормальность раствора трилона Б.

Определение кальция и магния при их совместном присутствии.

Определить отдельно содержание кальция и магния можно с помощью титрования трилоном Б с разными индикаторами. Содержание кальция в пробе определяют с индикатором - мурексидом.

В колбу для титрования отбирают 50 мл грунтовой воды, добавляют 10 мл 1н раствора гидроксида натрия, ~ 0,03 г мурексида до розовой окраски и медленно, по каплям, хорошо перемешивая, титруют стандартным раствором ЭДТА до перехода розовой окраски в фиолетовую. Массу кальция рассчитывают по формуле

$$m(Ca) = T_{ЭДТА/Са} * V_{2\ ЭДТА}, \text{ где } T_{ЭДТА/Са} = 0,002004 \text{ г/мл.}$$

Массу магния в пробе рассчитывают по разнице объемов, полученных при титровании с хром темно-синим кислотным и с мурексидом по формуле

$$m(Mg) = T_{ЭДТА/Mg} * (V_1 - V_2)_{ЭДТА},$$

где $T_{ЭДТА/Mg} = 0,001215 \text{ г/мл};$

V_1 – объем ЭДТА, пошедший на титрование с хром темно–синим кислотным, мл;

V_2 - объем ЭДТА, пошедший на титрование с мурексидом, мл.

Контрольные вопросы

1. В чем сущность метода комплексонометрии: основные уравнения реакции, рабочие растворы, индикаторы?
2. Какие вещества используют для установки концентрации рабочего раствора этилендиаминтетраацетата натрия (ЭДТА)?
3. Какие вещества определяются методом прямого комплексонометрического титрования?
4. Какие вещества определяются методом обратного комплексонометрического титрования?
5. Какие вещества определяются методом заместительного комплексонометрического титрования?
6. Металлоиндикаторы, механизм их действия,

Лабораторная работа № 8

«Определение содержания меди методом йодометрии»

Тема 1.4 Титриметрический анализ

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику анализа меди методом йодометрии.

Задание: провести стандартизацию раствора тиосульфата натрия по дихромату калия и определить содержание меди в контрольном растворе.

Посуда:

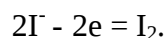
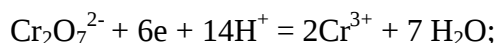
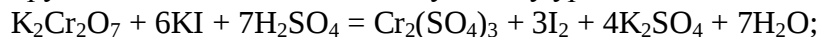
бюретка, емкостью 25 мл (1 шт.);
пипетка, емкостью 10 мл (2 шт.);
пипетка, емкостью 2 мл (1 шт.);
колба для титрования с пробкой емкостью 250 мл (3 шт.);
цилиндр мерный, емкостью 10 мл (1 шт.)

Реактивы:

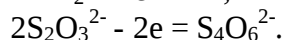
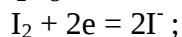
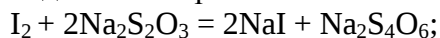
стандартный раствор раствора дихромата калия (0,1н);
рабочий раствор йода;
раствор серной кислоты (1:4);
раствор йодида калия (5%-ный);
вода дистиллированная;
индикатор: раствор крахмала (1%-ный).

Установление нормальности раствора тиосульфата

Нормальность тиосульфата устанавливают по дихромату калия. Для этого к точно известному количеству дихромата калия добавляют избыток йодида калия. Дихромат калия количественно реагирует с йодидом калия по следующему уравнению:



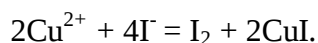
Выделившийся в результате этой реакции йод титруют 0,1н раствором тиосульфата натрия. Йод окисляет тиосульфат до соли тетрагидрохлорной кислоты:



Бюретку заполняют 0,1н раствором тиосульфата натрия. В колбу для титрования с помощью пипетки отбирают 10 мл стандартного раствора дихромата калия, приливают 10 мл раствора серной кислоты, затем 10 мл раствора йодида калия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют в темном месте в течение 5 мин. После этого пробку и края колбы обмывают 100 мл дистиллированной воды и титруют раствором 0,1н раствором тиосульфата натрия до зеленовато-желтого окрашивания, добавляют 2 мл раствора крахмала и далее титруют до перехода синей окраски в светло-зеленую. Титрование проводят до получения сходимых результатов, берут среднее значение и вычисляют нормальность тиосульфата.

Определение меди (II)

Метод определения ионов меди (II) представляет собой пример косвенного йодометрического титрования и основан на взаимодействии ионов Cu^{2+} с ионами йода. Реакция идет с окислением ионов йода до элементарного йода и образованием малорастворимого осадка CuI :



Выделившийся йод титруют стандартным раствором тиосульфата натрия. Для того, чтобы реакция протекала более полно, прибавляют избыток иодида калия и создают слабоокислую среду (pH = 4-5).

Бюретку заполняют 0,1н раствором тиосульфата. В колбу для титрования помещают 10 мл раствора меди, 1 мл раствора серной кислоты, 5 мл раствора йодида калия и титруют раствором тиосульфата натрия до желтой окраски суспензии. Затем добавляют 1-2 мл раствора крахмала и продолжают титрование медленно (при перемешивании) до тех пор, пока суспензия не станет совершенно белой. Параллельно проводят «холостой опыт». Находят средний объем тиосульфата и рассчитывают массу меди в исследуемом растворе в г/мл как

$$m(\text{Cu}) = \frac{C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot [V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) - V_{\text{х}}] \cdot M(\text{Cu})}{1000 \cdot V_{\text{п}}},$$

где $M(\text{Cu})$ – молярная масса меди;

$V_{\text{п}}$ – объем пробы, мл;

$V_{\text{х}}$ – объем тиосульфата, пошедшего на титрование «холостого опыта», мл.

Контрольные вопросы

1. В чем заключается сущность йодометрии? Охарактеризуйте пару $\text{I}_2/2\text{I}^-$ в соответствии с ее положением в таблице стандартных потенциалов и возможность ее применения в анализе.
2. Как проводятся йодометрические определения восстановителей, окислителей? Примеры. Какой индикатор применяют при этом?
3. Назовите первичный стандарт, применяемый при стандартизации раствора тиосульфата натрия? Как установить нормальность раствора йода? Приведите соответствующие уравнения реакций и определите молярные массы эквивалентов тиосульфата натрия и йода.
4. На чем основано йодометрическое определение: а) солей меди; б) сульфитов? Приведите уравнения реакций и расчетные формулы.

Лабораторная работа № 9

«Использование экстракции в количественном определении»

Тема 2.2 Методы разделения и концентрирования

Количество часов на выполнение – 2

Цель работы: изучить влияние экстракции в количественном определении.

Задание: определить содержание бензоата натрия в присутствии экстрагента – диэтилового эфира.

Посуда:

бюретка, емкостью 25 мл (1 шт.);

капельница;

колба для титрования с пробкой емкостью 250 мл (3 шт.);

цилиндр мерный, емкостью 50 мл (2 шт.)

Реактивы:

стандартный раствор соляной кислоты (0,5 н);

эфир медицинский;

вода дистиллированная;

индикатор: смешанный (1 мл раствора метилового оранжевого и 1 мл раствора метиленового синего)

Некоторые медицинские препараты, такие как бензоат натрия и салицилат натрия и другие определяют методом ацидиметрии, вариант вытеснения более сильной минеральной кислотой. Титрование проводят в присутствии эфира, который извлекает бензойную и салициловую кислоты, тем самым предотвращая обратный ход реакции.

Методика проведения работы:

Определение содержания бензоата натрия в препарате.

Около 1,5 г препарата (точная навеска) растворяют в 20 мл воды в колбе с притёртой пробкой ёмкостью 250 мл, прибавляют 45 мл эфира, 3-4 капли смешанного индикатора (1 мл раствора метилового оранжевого и 1 мл раствора метиленового синего) и титруют 0,5 н. раствором соляной кислоты до появления сиреневой окраски в водном слое. В конце титрования содержимое колбы хорошо встряхивают.

1 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,07205 г бензоата натрия, которого в пересчёте на сухое вещество должно быть не менее 99,0%.

Массовую долю основного вещества пищевого бензоата натрия, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,07205 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора соляной кислоты молярной концентрации (HCl)=0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, см³;

0,07205 - масса бензоата натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты, молярной концентрации (HCl)=0,5 моль/дм³, г;

- коэффициент поправки раствора соляной кислоты молярной концентрации (HCl)=0,5 моль/дм³;

- коэффициент пересчета в проценты;

- масса анализируемой пробы, г.

Лабораторная работа № 10

«Подготовка пробы методом сплавления»

Тема 2.2 Методы разделения и концентрирования

Количество часов на выполнение – 2

Цель работы: овладеть методами сплавления при подготовке пробы к анализу

Реактивы, посуда, оборудование:

1. Гидроксид калия, х. ч.

2. Соляная кислота, 1М раствор.

3. Сульфосалициловая кислота, 20%-й раствор.
4. Аммиак, 1:1 и 1:4.
5. Трилон Б, 0,025 М раствор.
6. Бюретка, вместимостью 25 мл.
7. стакан, вместимостью 500 мл.
8. Тигель стеклоуглеродный - 3 шт.
9. Колба мерная, вместимостью 500 мл.
10. Пипетка емкостью 25,50 или 100 мл.
11. Колбы для титрования, вместимостью 250 мл.
12. Электроплитка.
13. Муфельная печь.

Задание: провести сплавление алюмо-силикатных пород с целью определения содержания железа.

Комплексонометрическое определение содержания железа в бокситах после щелочного сплавления. Бокситы это породы, основными минералами которых являются гидратированные оксиды алюминия. В зависимости от степени гидратированности оксида алюминия различают типы бокситовых пород — моногидратные, тригидратные и бокситы смешанного характера. Содержание оксида алюминия колеблется от ~ 36% до ~ 80%. Содержание оксидов железа в бокситах может составлять от долей процента до ~ 30–36%.

Для разложения бокситов проводят сплавление со щелочами. Для определения содержания железа в бокситах используют титриметрические, фотометрические методы, метод атомно-абсорбционной спектроскопии и др. Большие содержания железа можно определять с помощью титриметрических методов анализа. Комплексонометрический метод определения содержания железа в бокситах основан на титровании железа при pH~1,5–2 трилоном Б в присутствии в качестве индикатора сульфосалициловой кислоты.

Методика проведения работы:

В стеклоуглеродный тигель помещают 5 г гидроксида калия и всыпают навеску боксита — 0,4 г, взятую на аналитических весах. Содержимое тигля быстро перемешивают вращательными движениями и сплавляют в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 20 мин. После сплавления тигель охлаждают, протирают дно тигля смоченной в дистиллированной воде фильтровальной бумагой и осторожно выщелачивают плав в стакане в 180 мл кипящей 1М соляной кислоты. Для проведения выщелачивания тигель с помощью щипцов погружают в раствор постепенно, чтобы избежать бурного протекания реакции (щипцы не должны касаться раствора в стакане). Нагревают содержимое стакана вместе с тиглем при перемешивании до полного растворения плава и просветления раствора.

Раствор охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл, для этого обмывают стакан с тиглем не менее трех раз дистиллированной водой и присоединяют промывные воды к основному раствору, доводят до метки водой и перемешивают. Аликвотную пробу анализируемого раствора, 25–100 мл (в зависимости от

содержания железа) отбирают в коническую колбу вместимостью ~ 250–300 мл (разбавляют, если необходимо, до 100 мл дистиллированной водой), добавляют 3 мл 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Если раствор имеет красно-лиловую окраску, его нейтрализуют раствором аммиака (сначала раствором аммиака 1:1, затем более разбавленным раствором аммиака 1:4) до появления красно-бурого цвета. Затем добавляют еще 3 мл раствора сульфо-салициловой кислоты (для создания pH 1,6–1,8). При этом раствор должен приобрести снова красно-лиловый цвет. Раствор нагревают до 40–50 °С и медленно титруют раствором комплексона III до желтой окраски раствора. По результатам титрования рассчитывают процентное содержание железа в бокситах на оксид железа (III), доверительный интервал определяемой величины, относительную погрешность результата анализа.

Лабораторная работа № 11

«Подготовка пробы методом измельчения и просеивания»

Тема 2.2 Методы разделения и концентрирования

Количество часов на выполнение – 2

Цель работы: познакомиться с методами пробоподготовки

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Задание: провести отбор почвы и провести ее подготовку к анализу согласно технической документации

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту ГОСТ ISO 11464-2015 **КАЧЕСТВО ПОЧВЫ. Предварительная подготовка проб для физико-химического анализа**

Лабораторная работа № 12

«Определение содержания меди в растворе фотоколориметрическим методом»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику фотоколориметрического метода определения содержания меди в воде.

Задание: выполнить определение содержания меди методом фотоколориметрии.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Метод основан на взаимодействии ионов двухвалентной меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в слабоаммиачном растворе с образованием диэтилдитиокарбамата меди, окрашенного в желто-коричневый цвет. В разбавленных растворах диэтилдитиокарбамат меди образует коллоидные растворы, для большей устойчивости которых добавляют раствор крахмала. Для устранения мешающего влияния железа и жесткости воды добавляют раствор сегнетовой соли.

Методика проведения работы:

Лабораторная работа № 13

«Выбор толщины поглощающего слоя и построение калибровочного графика при анализе солей кобальта»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику фотоколориметрического метода определения.

Задание: подобрать толщину рабочего слоя (кюветы), определить оптимальную длину волны для количественного определения, построить градуировочный график, определить содержание соли в контрольной пробе.

Приборы и реактивы:

Фотоколориметр КФК-2 или КФК - 3

Кюветы, толщина слоя 1 см – 2 шт.

Колбы мерные, емкостью 25 мл – 5 шт.

Колба мерная, емкостью 100 мл – 1 шт.

Пипетка, емкостью 20 мл – 1 шт.

Пипетка, емкостью 10 мл – 1 шт.

Пипетка, емкостью 2 мл – 1 шт.

Кислота серная, 2 моль/л

Вода дистиллированная

Хлорид кобальта, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. $M(\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 237,93$ г/моль

Методика проведения работы:

Сущность метода

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

Последовательность фотометрических определений

- Подготовка анализируемого образца: взятие точной навески, растворение ее и при необходимости проведение фотометрической реакции для получения окрашенного соединения. Приготовление основного стандартного раствора вещества.
- Приготовление серии эталонных растворов путем разведения основного стандартного раствора.
- Выбор аналитической волны путем измерения оптической плотности эталонного раствора со средней концентрации при разных светофильтрах (длинах волн). По полученным данным строят график зависимости оптической плотности от длины волны.
- Выбор толщины рабочего слоя.

Для количественного определения выбирают длину волны (светофильтр), для которой наблюдается максимум оптической плотности.

- Выбор кюветы проводят путем измерения оптической плотности этого же эталонного раствора при аналитической длине волны в кюветах с толщиной от 0,1 см до 5 см. Основным критерием выбора кювет является оптимальное значение оптической плотности, которое должно находиться в пределах 0,2 – 0,8. Кюветы, применяемые для испытуемого и

контрольного раствора (раствора сравнения) должны быть одинаковыми и иметь одну и ту же пропускательность.

- Измерение оптических плотностей эталонных растворов проводят от меньшей концентрации к большей при выбранных оптимальных условиях, ополаскивая кювету каждый раз измеряемым эталонным раствором.

- Построение градуировочного графика по полученным результатам
- Измерение оптической плотности анализируемого раствора.
- Расчет содержания определяемого вещества.

Работа с кюветами

До и после работы кюветы следует вымыть спиртоэфирной смесью и сполоснуть дистиллированной водой, вытереть с наружи марлей (фланелью) или фильтровальной бумагой. Перед заполнением кюветы споласкиваются небольшими порциями исследуемого раствора, чтобы его концентрация не изменилась вследствие разбавления водой. Жидкость наливается в кювету не ниже указанной на ней черты, что позволяет избежать ошибок вследствие неодинаковых процессов отражения и рассеяния излучения. *Обращаться с кюветами нужно осторожно! Брать руками разрешается только за непрозрачные нерабочие грани. Нельзя долго оставлять кюветы с раствором, сразу после работы промыть, как указано выше.*

Методика выполнения

Приготовление 10% раствора хлорида кобальта. 10 г хлорида кобальта (точная навеска) взвешивают на аналитических весах, переносят в мерную колбу вместимостью 100мл, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 20 мл серной кислоты с концентрацией 2 моль/л, доводят водой до метки и перемешивают (раствор А).

Приготовление эталонных растворов. В пять мерных колб вместимостью 25 мл вносят 2, 4, 6, 8, 10 мл приготовленного раствора А, прибавляют по 1 мл раствора серной кислоты, доводят объем колб до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Выбор аналитической длины волны

В одну кювету наливают эталонный раствор 3, в другую – раствор сравнения (дистиллированную воду), и помещают в держатель кюветного отделения фотоколориметра, измеряют оптическую плотность при различных светофильтрах (два параллельных измерения), записывая результаты в таблицу 1.

Таблица 3

Зависимость оптической плотности от длины волны

№ светофильтра	λ светофильтра, нм	D ₁	D ₂	D среднее
1	315			
2	364			
3	400			
4	449			
5	490			
6	540			
7	590			
8	610			
9	630			

По полученным данным на миллиметровой бумаге строят график зависимости оптической плотности от длины волны. Для количественного определения выбирают тот светофильтр, при котором наблюдается максимум поглощения.

Построение калибровочного графика.

Для количественных измерений устанавливают светофильтр, при котором наблюдался максимум поглощения, и определяют оптическую плотность приготовленных эталонных растворов, начиная с наименьшей концентрации.

Таблица 4

Зависимость оптической плотности от концентрации при $\lambda_{\max}$

№ п/п	Концентрация, г/мл	D ₁	D ₂	D ₃	D _{ср}
1					
2					
3					
4					
5					
6	Задача				

На миллиметровой бумаге построить график зависимости оптической плотности (D) от концентрации. Концентрация хлорида кобальта рассчитать по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_2}{V_1 \cdot V_3},$$

где m – масса навески хлорида кобальта, г;

V₁ - объем раствора (A), мл;

V₂ – объем раствора (A), взятого для приготовления эталонного раствора, мл;

V₃ – объем эталонного раствора, мл.

Измерив оптическую плотность раствора с неизвестной концентрацией кобальта (задача), по калибровочному графику определить его содержание в растворе.

Лабораторная работа № 14

«Выбор максимума поглощения и определение содержания ацетона в водном растворе спектрофотометрическим методом»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику фотоколориметрического метода определения .

Задание: определить оптимальную длину волны для количественного определения, построить градуировочный график, определить содержание ацетона в контрольной пробе.

Оборудование и реактивы:

1. Спектрофотометр,
2. кювета $\ell=1\text{см}$ (2 шт.),
3. мерная колба емкостью 100 мл (1 шт.) и 50 мл (5 шт.);
4. пипетка емкостью 1 и 10 мл (1 шт.),
5. вода дистиллированная, ацетон.

Методика проведения работы:

Определение максимума поглощения. Поместить 1 мл ацетона в мерную колбу емкостью 100 мл, раствор использовать для определения максимума поглощения. Налить в кювету 10 мл, довести водой до метки и перемешать (раствор А). Отобрать 8 мл раствора А и поместить в мерную колбу емкостью 50 мл, довести до метки водой и перемешать. Полученный испытуемый раствор, в кювету сравнения – чистый растворитель (воду).

Проводить измерение оптической плотности от 200 до 255 и от 265 до 300 нм через 5 нм, а в области 255-265 нм через 2 нм. Определить максимум поглощения.

Построение калибровочного графика. Приготовить 5 растворов известной концентрации: 2, 4, 6, 8, 10 мл раствора А поместить в мерные колбы емкостью 50 мл, довести до метки водой, перемешать измерить оптическую плотность при найденной $\lambda_{\max}$.

По полученным данным построить калибровочный график $D = f(c)$, откладывая по оси абсцисс – концентрацию, по оси ординат – оптическую плотность. Если линейная зависимость не получается повторить разведение. Расчет концентрации ацетона: $m = V_p \cdot C$; $C = mV_1/V_2V_3$, где V_1 – объем раствора А (2, 4, 6, 8, 10), мл; V_2 – объем колбы, взятый для растворения 1 мл ацетона (100 мл); V_3 – объем колбы, взятой для приготовления калибровочных растворов (50 мл).

Контрольная задача. Получить у преподавателя задачу, измерить оптическую плотность при $\lambda_{\max}$, и по калибровочному графику определить содержание ацетона в пробе.

Лабораторная работа № 15

«Определение хрома спектрофотометрически»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику спектрофотометрического метода определения хрома в воде.

Задание: выполнить определение содержания хрома по ГОСТ Р 52962-2008.

Метод основан на поглощении хрома в видимой области спектра.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по стандарту ГОСТ Р 52962-2008 ВОДА. Методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома. Метод А.

Лабораторная работа № 16

«Определение хрома и марганца при совместном присутствии»

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: определить содержание хрома и марганца при их совместном присутствии.

Задание: выполнить определение хрома и марганца в анализируемом образце.

Оборудование и реактивы:

1. Спектрофотометр.
2. Кюветы 1 см, 3—4 шт.
3. Колбы мерные емкостью 100 мл, 12 шт.
4. Бихромат калия.
5. Перманганат калия, 0,1н раствор.
6. Фосфорная кислота.

Методика проведения работы:

Спектрофотометрическое определение хрома и марганца при их совместном присутствии

При определении марганца и хрома при их совместном присутствии наиболее удобен метод калибровочного графика. Этот метод применим во всех случаях определения двух компонентов, когда имеется такой участок спектра, где поглощением одного из компонентов можно пренебречь (условный вид спектра представлен на рис. 1).

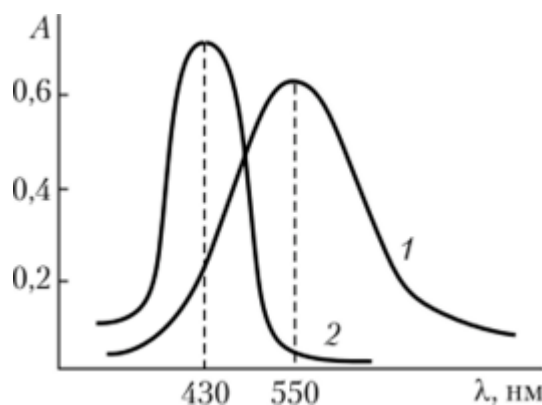


Рис. 1. Спектры поглощения перманганата калия (1) и дихромата калия (2)

Для этого строят калибровочные графики для стандартного раствора перманганата калия, измеряя оптическую плотность второго раствора при двух длинах волн: $\lambda = 430$ нм и $\lambda = 550$ нм (кривые 2 и 3 на рис. 2) и для стандартного раствора бихромата, измеряя оптическую плотность этого раствора при $\lambda = 430$ нм (кривая 1 на рис. 2). Затем измеряют оптическую плотность $A_{\lambda 550}$ исследуемой смеси KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ при $\lambda = 550$ нм и по кривой 3 сразу же определяют концентрацию марганца в исследуемом растворе. Одновременно по кривой 2 определяют оптическую плотность $A_{\lambda 430}$ раствора перманганата при $\lambda = 430$ нм. Затем по разности оптических плотностей исследуемой смеси и раствора перманганата при $\lambda = 430$ нм ($L_{\text{Cr}430} = A_{\lambda 430} - L_{\text{Mn}430}$) по кривой 1 определяют концентрацию хрома в исследуемой смеси.

Измерение оптической плотности производят на спектрофотометре.

Определению марганца и хрома мешают восстановители, в том числе ионы хлора, ионы железа(III), никеля, ванадия и урана. Чтобы устранить влияние ионов железа(III), его связывают в бесцветный фосфатный комплекс $H_3[Fe(PO_4)_2]$.

Калибровочные графики для определения хрома и марганца при их совместном присутствии

Для устранения влияния ионов никеля, ванадия и урана в раствор сравнения вводят такое количество этих элементов, которое содержится в исследуемой смеси.

Стандартный раствор перманганата калия, 0,1 н раствор (перед применением 9,1 мл раствора разбавляют водой до 100 мл; этот раствор содержит 0,1 мг марганца в 1 мл).

Стандартный раствор бихромата калия (навеску массой 0,2818 г $K_2Cr_2O_7$ растворяют в мерной колбе емкостью 1 л; этот раствор содержит 0,1 мг хрома в 1 мл).

Описание определения

Для анализа аликвотную часть 10,00 мл анализируемого раствора, содержащего перманганат- и дихромат-ионы, помещают в мерную колбу емкостью 100 мл, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Затем измеряют оптическую плотность раствора при 430 нм и 550 нм.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы емкостью 100 мл помещают 1,0; 1,2; 1,4; 1,8; 2,0 мл стандартного раствора перманганата калия, а в ряд других мерных колб емкостью 100 мл — 2,0; 1,5; 2,8; 3,2; 3,5 мл стандартного раствора бихромата калия. Добавляют воды до метки и измеряют оптическую плотность перманганата калия при $\lambda = 430$ нм и 550 нм и бихромата калия при $\lambda = 430$ нм в кюветах толщиной слоя 1 см. Но полученным данным строят калибровочные графики: для $KMnO_4$ — при 550 и 430 нм и для $K_2Cr_2O_7$ — при 430 нм.

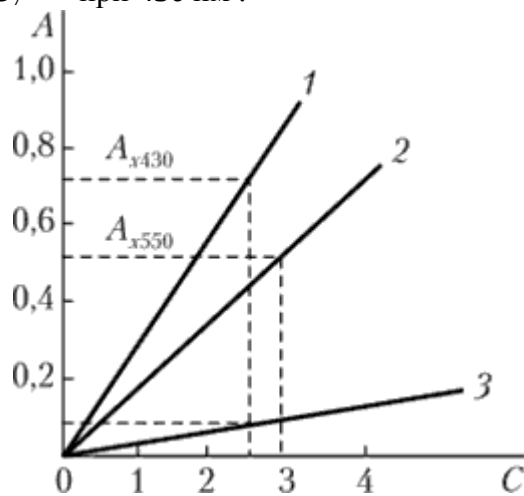


Рис.2 Калибровочные графики для определения хрома и марганца при их совместном присутствии: 1 — $K_2Cr_2O_7$ ($A = 430$ нм); 2 — $KMnO_4$, ($A = 550$ нм); 3 — $KMnO_4$ ($A = 430$ нм)

Лабораторная работа № 17

«Определение железа (III) в растворах методом добавок»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: определить массу железа (III) в выданном растворе методом добавок на фотоэлектроколориметре любой марки.

Задание: выполнить определение железа (III) методом добавок фотоколориметрически.

Приборы и реактивы:

1. Фотоэлектроколориметр любой марки,
2. мерные колбы объемом 100 мл, 2 шт.
3. содержащие анализируемый раствор соли железа (III),
4. кюветы с рабочей поверхностью 50 мм,
5. раствор азотной кислоты, раствор серной кислоты,
6. раствор сульфосалициловой кислоты,

Железо (III) образует с сульфосалициловой кислотой ряд комплексных соединений в зависимости от кислотности раствора.

При pH 1,8-2,5 образуется комплексное соединение фиолетового цвета, имеющее состав 1:1. Моносульфосалицилат железа имеет $\lambda = 510$ нм и молярный коэффициент поглощения $\epsilon_{510} = 1,8 \cdot 10^3$

2. При увеличении pH до 4-8 образуется комплексное соединение, имеющее состав 1:2.

3. При pH 9-11,5 образуется комплекс состава 1:3, растворы которого окрашены в желтый цвет. Трисульфосалицилат железа имеет $\lambda = 416$ нм молярный коэффициент поглощения $\epsilon_{416} = 5,8 \cdot 10^3$

При pH больше 12 происходит разложение комплексного соединения с выделением в осадок гидроксида железа (III) .

Железо (III) не дает с сульфосалициловой кислотой интенсивной окраски, но вследствие легкой окисляемости железа (II) в железо (III) в щелочной среде можно определять сумму железа (II) и железа (III). Комплексные соединения железа с сульфосалициловой кислотой более устойчивы, чем роданидные комплексы железа, что позволяет применять рассматриваемый метод для определения железа в присутствии фосфатов, ацетатов и боратов.

В присутствии магния, алюминия, марганца и некоторых других элементов более применим способ определения железа в кислой среде.

Методика проведения работы:

Приготовление стандартного раствора соли железа

Навеску железоаммонийных квасцов $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ массой 0,8640 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют, приливают 25 мл концентрированной азотной кислоты (пл. 1,19 г/см³) и доводят водой до метки. **В 1 мл этого раствора содержится 0,1 мг (концентрация раствора равна 0,0001 г/мл) иона Fe^{3+} .**

Расчет:

$$m(\text{Fe}) = m(\text{навески}) \cdot ((M(\text{Fe}) / M(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}))) \quad (1)$$

$$m(\text{Fe}) = 0,8640 \cdot (55,85 / 481,85) = 0,1 \text{ г (масса Fe, содержащаяся в 1 литре раствора).}$$

Отсюда в 1 мл раствора содержится 0,0001 г Fe (или 0,1 мг).

В мерную колбу объемом 100 мл, содержащую анализируемый раствор (выдается лаборантом), добавить раствор азотной кислоты объемом 2 мл, раствор серной кислоты

объемом 2 мл, раствор сульфосалициловой кислоты объемом 10,00 мл (последнюю отобрать пипеткой). Содержимое колбы довести до метки дистиллированной водой.

В другую мерную колбу (C_{x+a}) объемом 100 мл, содержащую также анализируемый раствор (выдается тоже лаборантом), добавить те же реактивы и в тех же объемах, что и в первую, и стандартный раствор соли железа (III) определенного объема (2 мл). Содержимое второй колбы довести до метки дистиллированной водой (получен анализируемый раствор с добавкой стандартного).

Измерить оптическую плотность анализируемого раствора и раствора с добавкой.

В качестве раствора сравнения используют растворитель. Расчет концентрации испытуемого раствора проводят по формуле.

Обработка результатов

Применяя основной закон светопоглощения, к сравниваемым растворам имеем:

$$A_x = \epsilon C_x l_x ; \quad A_{x+a} = \epsilon C_{x+a} l_{x+a} ,$$

где A_x – оптическая плотность анализируемого раствора;

A_{x+a} – оптическая плотность анализируемого раствора с добавкой стандартного раствора

ϵ – молярный коэффициент поглощения;

C_x – концентрация исследуемого раствора;

C_{x+a} – концентрация раствора с добавкой стандартного;

l_x, l_{x+a} – толщина поглощающего слоя.

Решая эти уравнения относительно неизвестной концентрации, получают расчетную формулу:

$$C_x = A_x C_a / (A_{x+a} - A_x), \quad (2)$$

C_a – концентрация добавки.

1. Рассчитываем концентрацию добавки

$$C_a = (V(\text{добавки}) * C(\text{раствора})) / V(\text{колбы}) \quad (3)$$

2. По формуле (2) вычисляем концентрацию анализируемого вещества в г/мл.

3. Полученную концентрацию иона умножаем на объем анализируемого раствора (100 мл), вычисляем общую массу железа.

Лабораторная работа № 18

«Определение алюминия в воде»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику фотокolorиметрического метода определения содержания алюминия в воде.

Задание: выполнить определение содержания алюминия методом фотокolorиметрии.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Сущность метода заключается в образовании окрашенного комплексного соединения в результате реакции ионов алюминия с алюминоном с последующим фотометрическим определением в диапазоне длин волн от 525 до 540 нм и расчетом массовой концентрации

алюминия в пробе анализируемой воды.

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту
ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы определения содержания алюминия

Лабораторная работа № 19

Определение концентрации общего железа в воде фотометрическим методом с применением сульфосалициловой кислоты»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику фотоколориметрического метода определения содержания железа в воде.

Задание: выполнить определение содержания железа методом фотоколориметрии с применением сульфосалициловой кислоты.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски, пропорциональную массовой концентрации железа, измеряют при длине волны 400-430 нм. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,10-2,00 мг/дм³. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью =0,95 находится в пределах 0,01-0,03 мг/дм³.

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту ГОСТ 4011-72 **ВОДА ПИТЬЕВАЯ. Методы измерения массовой концентрации общего железа. П.2.**

Лабораторная работа № 20

Определение применением о-фенантролина концентрации общего железа в воде фотометрическим методом с»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику фотоколориметрического метода определения содержания железа в воде.

Задание: выполнить определение содержания железа методом фотоколориметрии с применением о-фенантролина.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Метод основан на реакции ортофенантролина с ионами двухвалентного железа в области pH 3-9 с образованием комплексного соединения, окрашенного в оранжево-красный цвет. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации железа. Восстановление железа до двухвалентного проводится в кислой среде гидроксиламином. Окраска развивается быстро при pH 3,0-3,5 в присутствии избытка фенантролина и устойчива в течение нескольких дней. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,05-2,0 мг/дм. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью 0,95 находится в пределах 0,01-0,02 мг/дм³.

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту ГОСТ 4011-72 **ВОДА ПИТЬЕВАЯ. Методы измерения массовой концентрации общего железа. П.3.**

Лабораторная работа № 21

«Турбидиметрическое определение сульфат-иона»

Тема 2.3 Спектроскопические методы анализа.

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику турбидиметрического метода определения сульфат-иона в воде.

Задание: выполнить определение содержания сульфат-иона в воде методом турбидиметрии.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Метод основан на определении сульфат иона в виде BaSO₄ в соляно кислой среде с помощью гликолевого реагента. Гликоль, введенный в реакционную смесь при осаждении сульфата бария, стабилизирует образующуюся суспензию BaSO₄ и делает возможным турбидиметрическое микроопределение сульфатов. Чувствительность метода 2 мг/дм³ SO₄²⁻.

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту

ГОСТ 4389-72. Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов. Пункт 3.

Контрольные вопросы

1. Какова причина поглощения электромагнитного колебания веществом?
2. Что такое спектр поглощения?
3. Какие параметры спектрофотометрии используются в качественном и количественном анализе.
4. Сущность закона Бугера-Ламберта-Бера?
5. Приборы, используемые в спектрофотометрии и фотоколориметрии, их устройство.
6. В чем заключается отличие спектрофотометрии от фотоколориметрии.
7. Методы количественного определения.

Лабораторная работа № 22

«Идентификация различных органических веществ рефрактометрическим методом»

Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия

Количество часов на выполнение: 2 часа.

Цель работы: изучить применение метода рефрактометрии для качественного анализа.

Приборы и реактивы:

1. Рефрактометр любой марки.
2. Образцы органических жидкостей.

Задача: Идентифицировать по показателю преломления индивидуальные органические вещества.

Методика проведения работы:

1. Подготовить прибор к работе согласно инструкции.
2. Измерить величину коэффициента преломления жидкостей, указанных преподавателем по 5 раз и найти среднее значение.
3. По справочнику и полученным данным идентифицировать органические вещества.

№ п/п	Коэффициент преломления				Исследуемые вещества
	n_{D1}	n_{D2}	n_{D3}	n_{D4}	

Лабораторная работа № 23

«Определение содержания хлорида натрия в рассолах по калибровочному графику»

Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: освоить методы определения содержания по калибровочному графику рефрактометрически.

Оборудование: пробирки мерные 20 см³, пипетки, рефрактометр ИРФ-22, предел измерения показателя преломления 1,30 – 1,70, точность $\pm 2 \cdot 10^{-4}$.

Методика проведения работы:

В мерных пробирках готовят по 10 или 20 см³ стандартных растворов солей следующих концентраций: 5%, 10%, 15%, 20%, 25%. Для приготовления стандартных растворов необходимо по таблице 2 найти плотность воды и рассчитать навески соли. Расчет показать преподавателю, получить допуск и после этого приступить к выполнению работы.

Приготовленные растворы наносят поочередно на предметное стекло рефрактометра. После каждой пробы стекло протирают фильтровальной бумагой, промывают дистиллированной водой и вытирают фильтром. Показатели преломления отсчитывают при хорошей контрастности и отсутствии спектра.

По данным измерений строят график в координатах показатель преломления/содержание соли в стандартных растворах. По полученному графику определяют концентрацию соли в контрольной пробе, выдаваемой лаборантом.

Лабораторная № 24

«Определение концентрации различных веществ рефрактометрическим методом (глицерин, уротропин, раствор хлорида кальция, бромида калия и др.)»

Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить определение содержания различных веществ рефрактометрическим способом.

Приборы и реактивы:

1. Рефрактометр любой марки.
2. Штатив для пробирки.
3. Пробирки (сухие), емкостью 20 мл. - 1.0 шт.
4. Пипетки градуированные, емкостью 10 мл. - 2 шт (или бюретки).
5. Стандартные растворы:
6. CaCl₂, 10%
7. NaBr, 10%
8. Уротропин, 10%
9. Глюкоза, 10%
10. Спирт этиловый
11. Спирт пропиловый
12. Глицерин
13. Ацетон
14. Уксусная кистола

Задание: построить калибровочный график для одного из стандартных растворов и определить содержание в контрольной пробе.

Выполнение работы

В сухих пробирках готовят 10 разведений одного из стандартных растворов, указанных преподавателем, измеряют их показатели преломления, результаты заносят в таблицу:

Стандартный раствор, мл.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Вода, мл.	9	8	7	6	5	4	3	2	1	-
Содержание вещества, %	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
n_D										

При измерениях рефрактометр проверяют по дистиллированной воде n_D^{20} - 1,3330.

Измерения на рефрактометре, для каждого раствора, проводят не менее трех раз, расхождение не должно превышать 0,0003. Показателем преломления разведений стандартных растворов начинают определять с меньшей концентрацией и берут среднее значение n_D .

Используя полученные данные, вычерчивают калибровочный график в координатах n_D - с и, измерив коэффициент рефракции исследуемого раствора, определяют содержание вещества. Если содержание растворенного вещества не превышает 20% можно использовать для расчета рефрактометрический фактор F.

Контрольные вопросы

1. Почему происходит преломление светового луча на границе раздела сред?
2. Что такое коэффициент рефракции (преломления)?
3. Для каких целей используется метод рефрактометрии?
4. Что такое рефрактометрический фактор?
5. Как можно определить концентрацию раствора рефрактометрически?

Лабораторная работа № 25

«Определение концентрации глюкозы в фармацевтических препаратах рефрактометрическим и поляриметрическим методом»

Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методы определения содержания глюкозы в фармацевтических препаратах.

Приборы и реактивы указаны в методике

Задача: По результатам измерения коэффициента преломления и угла вращения определить содержание глюкозы в растворах для внутривенного вливания.

Методика проведения работы:

ГЛЮКОЗА,

раствор 5%, 10%, 20% и 40% для внутривенного вливания

Количественное определение. Испытуемый препарат и стакан с водой помещают возле рефрактометра в сосуд с водой температуры $20 \pm 0,3^\circ\text{C}$ на 30 мин. Через рефрактометр в течение 30 мин перед определением и в процессе определения пропускают воду очищенную с температурой $20 \pm 0,3^\circ\text{C}$. На призму рефрактометра наносят несколько капель воды и измеряют показатель преломления воды с точностью до 0,0002.

Вытирают призму досуха, наносят на нее несколько капель испытуемого раствора и измеряют его показатель преломления, который определяют 3–4 раза, каждый раз беря новую порцию раствора. Для расчета используют среднее значение из всех определений. Содержание глюкозы в препарате в г (X) рассчитывают по формуле:

$$X = (n - n_0) / (0,00142 \cdot 100)?$$

где n – показатель преломления препарата;

n_0 – показатель преломления воды;

0,00142 – величина прироста показателя преломления при увеличении концентрации глюкозы на 1%.

Содержание $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ (глюкозы) в 1 мл препарата должно быть от 0,0485 до 0,0515 г – для 5% раствора;

от 0,0970 до 0,1030 г – для 10% раствора;

от 0,1940 до 0,2060 г – для 20% раствора;

от 0,3880 до 0,4120 г – для 40% раствора.

Метод 2. Точно измеренный откалиброванной пипеткой объем препарата, содержащего от 2 до 5 г глюкозы ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$), помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 0,2 мл раствора аммиака концентрированного, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Содержание глюкозы в препарате в г (X) определяют поляриметрически и рассчитывают по следующей формуле:

$$X = (a \cdot 100) / (52,7 \cdot l \cdot V)$$

где: a – угол вращения испытуемого препарата, в градусах;

l – длина кюветы, дм;

52,7 – удельное вращение глюкозы, в градусах;

100 – объем раствора в мерной колбе, мл;

V – объем препарата, взятого на анализ, мл.

Содержание $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ (глюкозы) в 1 мл препарата должно быть

от 0,0485 до 0,0515 г – для 5% раствора;

от 0,0970 до 0,1030 г – для 10% раствора;

от 0,1940 до 0,2060 г – для 20% раствора;

от 0,3880 до 0,4120 г – для 40% рас

Лабораторная работа № 26

«Определение концентрации сахара при помощи сахариметра универсального»

Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия

Количество часов на выполнение: 5 часов.

Цель работы: изучить методику работы на сахариметре.

Задание: выполнить определение содержания сахара с помощью сахариметра универсального.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту ГОСТ 12571 — 2013 САХАР. Метод определения сахарозы

Лабораторная работа № 27

«Поляриметрическое определение оптически активного вещества»

Тема 2.4. Рефрактометрия и поляриметрия

Количество часов на выполнение: 5 часов.

Цель работы: Освоить методы определения оптически активных веществ.

Приборы и реактивы:

1. Сахариметр любой модели.
2. Колбы мерные, емкостью 100 мл - 5 шт.
3. Определяемые вещества.

Задание: изучить работу сахариметра, определить угол вращения, указанных преподавателем веществ.

Методика проведения работы:

Определение оптического вращения

Для оптически активных веществ определяют величину вращения плоскости поляризации. Оптическое вращение - способность вещества отклонять плоскость поляризации при прохождении через него плоскополяризованного света. В зависимости от природы вещества вращение плоскости поляризации может иметь различные направление и величину. Различают правовращающие вещества (условно обозначают d или $+$) и левовращающие вещества (условно обозначаются l или $-$). Величину отклонения плоскости поляризации от начального положения, выраженную в угловых градусах, называют углом вращения и обозначают α . Величина угла зависит от природы оптически активного вещества, толщины слоя вещества, температуры и длины волны света. Величина угла вращения прямо пропорциональна толщине слоя. Для сравнительной оценки способности различных веществ вращать плоскость поляризации вычисляют так называемое удельное вращение.

Удельным вращением называют вращение плоскости поляризации, вызванное слоем вещества толщиной 1 дм при пересчете на содержание 1 г вещества в 1 мл объема. Для жидких веществ удельное вращение определяют по формуле:

Формула

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \cdot d}.$$

Для растворов веществ:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \cdot 100}{l \cdot c},$$

Формула

где α - измеренный угол вращения в градусах; l - толщина слоя жидкости, дм; c - концентрация раствора, выраженная в граммах на 100 мл раствора; d - плотность жидкости.

Величина удельного вращения зависит также от природы растворителя и концентрации раствора. При замене растворителя может изменяться не только величина угла вращения, но и его направление. Во многих случаях удельное вращение постоянно лишь в определенном интервале концентраций. В интервале концентраций, при которых удельное вращение постоянно, можно по углу вращения рассчитать концентрацию вещества в растворе:

Формула

$$C = \frac{\alpha \cdot 100}{[\alpha]_D^{20} \cdot l}.$$

Ряд оптически активных веществ в растворе изменяет угол вращения до определяемой постоянной величины. Это объясняется наличием в растворе смеси стереоизомерных форм, имеющих различные значения угла вращения. Только через некоторое время устанавливается в растворе равновесие между различными оптическими изомерами. Особенно часто с этим явлением приходится встречаться при анализе сахаров. Свойство растворов в течение некоторого времени изменять величину угла вращения называется мутаротацией.

Определение угла вращения плоскости поляризации проводят в приборах, называемых поляриметрами. Правила пользования данной моделью поляриметра изложены в инструкции к прибору. Определение, как правило, проводят для D - линии натрия при 20 С.

Общий принцип устройства и работы поляриметров заключается в следующем. Луч от источника света направляется через желтый светофильтр в призму-поляризатор. Проходя через призму Николя, луч света поляризуется, колебания его совершаются только в одной плоскости. Плоскополяризованный свет пропускают через кювету с раствором оптически активного вещества. При этом отклонение плоскости поляризации света определяют с помощью второй, вращающейся, призмы Николя (анализатора), которая жестко связана с градуированной шкалой. Наблюдаемое через окуляр значительное поле, разделенное на две или три части различной яркости, следует сделать равномерно освещенным, поворачивая анализатор. Величину поворота считывают со шкалы. Для проверки нулевой точки прибора

проводят аналогичные измерения без исследуемого раствора. Направление плоскости поляризации, как правило, устанавливают направлением поворота анализатора. Конструкция отечественных поляриметров такова, что если для получения однородного освещенного поля зрения приходится повернуть анализатор вправо, т. е. по часовой стрелке, то исследуемое вещество было правовращающим, что обозначается знаком + (плюс) или d. При повороте анализатора против часовой стрелки получаем левое вращение, обозначаемое знаком - (минус) или l.

В других приборах точное направление вращения определяют при помощи повторного измерения, которое проводят либо с половинной толщиной слоя жидкости либо с половинной концентрацией. Если при этом получают угол вращения $\alpha/2$ или $\alpha/2+90^\circ$, то можно считать, что вещество является правовращающим. Если новый угол вращения равен $90^\circ - \alpha/2$ или $180^\circ - \alpha/2$, то вещество обладает левым вращением. Удельное вращение не очень сильно зависит от температуры, однако для точных измерений термостатирование кюветы необходимо. При данных по оптическому вращению необходимо указывать применяемый растворитель и концентрацию вещества в растворе, например $[\alpha]_D^{20} = 27,3$ в воде ($C=0,15$ г/мл).

Поляриметрические определения применяют как для установления количественного содержания оптически активных веществ в растворах, так и для проверки их чистоты.

удельное вращение 2% раствора препарата пенициллина в свежепрокипяченной и охлажденной воде не менее $+270^\circ$

Провести определение удельного вращения растворов сахара, глюкозы, фруктозы, пенициллина.

Лабораторная работа № 28

«Градуйровка рН-метра по буферным растворам и определение рН дистиллированной и водопроводной воды»

Тема 2.5 Электрохимические методы анализа

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику подготовки рН метра к работе и методику измерения

Приборы и реактивы:

1. рН-метр любой марки;
2. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов;
3. Образцы воды;
4. Электроды комбинированные;
5. Фильтровальная бумага

Задание: проверить правильность работы прибора, измерить рН природной, водопроводной и дистиллированной воды

Методика проведения работы:

Приготовление буферного (калибровочного) раствора Для калибровки прибора нужно использовать фиксанал раствора. Фиксанал - это пакет специальной сухой смеси, который содержит вещество с уровнем рН. Для изготовления буферного раствора необходимо взять емкость, с риской на горле. Риски будет означать, что объем составляет ровно 250

миллиграмм. В этот сосуд нужно высыпать фиксанал, а через воронку осторожно налить деионизированную или дистиллированную воду, температура которой равна 25С. Перемешать и раствор готов. Величина рН для буферного раствора напрямую зависит от температуры. Чтобы калибровка электродов была точной, необходимо измерить температуру, при которой Вы используете раствор. Затем прибор необходимо прокалибровать по всем соответствующим значениям уровня рН. На самом пакете с фиксаналом представлена полная таблица значений в зависимости от общей температуры. ВАЖНО! Калибровочные растворы могут портиться под действием окружающего воздуха, поэтому их необходимо хранить в герметичных сосудах. Использованные растворы следует утилизировать, но не возвращать в стакан для хранения, потому как это может привести к значительным загрязнениям. Используйте свежий калибровочный раствор для получения лучших результатов.

Провести калибровку прибора, согласно инструкции.
Провести измерения рН дистиллированной, водопроводной и природной воды.
Объяснить полученные результаты.

Лабораторная работа №29

«Определение поправочного коэффициента кислоты хлористоводородной по карбонату натрия методом потенциометрического титрования»

Тема 2.5 Электрохимические методы анализа

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: Познакомиться с приборами, приобрести навыки работы, овладеть методами потенциометрического титрования, изучить способы определения точки эквивалентности.

Приборы и реактивы:

Иономер (рН – метр) любой марки;
Индикаторный электрод – стеклянный;
Электрод сравнения (вспомогательный) – хлорсеребряный;
Магнитная мешалка;
Стакан для титрования емкостью 50 - 100мл, 3 шт;
Бюретка, емкостью 25 или 50 мл;
пипетка;
Хлороводородная кислота, 0,1 н раствор;
Натрия гидроксид, 0,1 н раствор;
Образцы проб для титрования: карбонат натрия, гидроксид аммония, хлорид аммония, уксусная кислота и др.

Методика проведения работы:

Последовательность выполнения потенциометрического титрования:

- Включить прибор в сеть и прогреть его в течение 30 мин.
- Заполнить бюретку титрантом.
- Электроды промыть водой и просушить фильтровальной бумагой (подготовку электродов смотри выше).
- В стакан на 50 – 100 мл поместить точную навеску определяемого вещества или точный объем раствора аналита, вспомогательные реактивы (если необходимо), стержень мешалки, добавить воду до объема, обеспечивающего работу установки (электроды должны быть погружены в раствор на 1 – 2 см и не касаться мешалки и стенок стакана)

- Установить стакан с анализируемым раствором на столик мешалки и включить мешалку. Перемешивание должно быть ровным, без рывков и разбрызгивания раствора.
- Осторожно опустить в раствор электроды, чтобы они не касались работающей мешалки и стенок стакана.
- Установить бюретку таким образом, чтобы капли попадали прямо в раствор.
- Включить прибор в режим измерения pH или E (ЭДС). Если нет терморегулятора, температуру титрования установить в ручную по данным комнатного термометра.
- Провести ориентировочное (прикидочное) титрование для приближенного нахождения конечной точки титрования. Ориентировочное титрование проводят большими порциями титранта (0,5 – 1 мл), измеряя потенциал системы после каждой порции добавленного титранта до тех пор, пока изменение потенциала не достигнет максимального значения, а при дальнейшем добавлении новой порции титранта не упадет до малой величины
- Данные титрования занести в таблицу 2 и найти максимальное изменение ΔE или pH – скачок титрования
- Провести точное титрование с новой порцией (навеской) аналита в узком диапазоне (в области скачка) титрант прибавлять по 0,01 – 0,05 мл или по 1-2 капли до нахождения конечной точки титрования.
- Данные титрования занести в табл.3.

Таблица 3

Результаты точного потенциометрического титрования

V титранта, мл	ΔV , мл	E, мВ	ΔE , мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/мл	$\Delta V/\Delta E$ мл/мВ

- Для нахождения точки эквивалентности на миллиметровой бумаге построить графические кривые титрования:
 - Интегральную $E = f(V)$. Зависимость потенциала от объема титрованного раствора, точка перегиба соответствует точке эквивалентности;
 - Дифференциальную $\Delta V/\Delta E = f(V)$;
 - Дифференциальную $\Delta E/\Delta V = f(V)$.

- Рассчитать эквивалентный объем по формуле

$$V_{\text{экв.}} = V_n + \Delta V \frac{\Delta E_n - \Delta E_{n-1}}{(\Delta E_n - \Delta E_{n-1}) + (\Delta E_n - \Delta E_{n+1})},$$

где $V_{\text{экв}}$ - эквивалентный объем, мл;

V_n - объем титранта, от которого наблюдается скачок титрования, мл;

ΔV - шаг титрования, мл;

ΔE - скачок потенциала, мВ;

ΔE_{n-1} - разность потенциала перед скачком, мВ;

ΔE_{n+1} - разность потенциала после скачка, мВ.

- Расчет результатов провести как в классических методах.

- По окончании работы, разобрать и помыть потенциометрическую установку. Сдать рабочее место дежурному или учебному мастеру.

Контрольные вопросы

1. Потенциометрический анализ. Сущность. Основные понятия.
2. Прямая потенциометрия, ее возможности и недостатки, способы определения вещества (метод градуировочного графика и стандартных добавок).
3. Виды электродов и способы их подготовки к работе. Электроды индикаторные и сравнения.
4. Потенциометрическое титрование. Типы используемых аналитических реакций и электродов. Способы установления точки эквивалентности (интегральные и дифференциальные кривые)
5. Порядок выполнения лабораторной работы.

Лабораторная работа № 30

«Определение водорастворимых кислот и щелочей в нефтепродуктах»

Тема 2.5 Электрохимические методы анализа

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику определения содержания водорастворимых кислот и щелочей в нефтепродуктах.

Задание: выполнить определение кислотности(щелочности) нефтепродуктов методом рН-метрии.

Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Сущность метода заключается в извлечении водорастворимых кислот и щелочей из нефтепродуктов водой или водным раствором спирта и определения величины рН водной вытяжки рН-метром

Методика проведения работы:

Работа и обработка результатов выполняется по межгосударственному стандарту ГОСТ 6307-75 **НЕФТЕПРОДУКТЫ. Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей.**

Лабораторная работа № 31

«Определение содержание солей по электропроводности растворов»

Тема 2.5 Электрохимические методы анализа

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить зависимость электропроводности соли от концентрации.

Задание: приготовить ряд растворов с различной концентрацией, измерить электропроводность, построить калибровочный график и определить содержание соли в контрольном растворе.

Оборудование, посуда, реактивы:

1. кондуктометр с измерительным датчиком;
2. кондуктометрическая ячейка;
3. колбы мерные емкостью 25 мл – 5 шт
4. соли: хлорид натрия, хлорид калия, сульфат натрия.
5. Контрольная проба.

Методика проведения работы:

Приготовить в мерных колбах 5 растворов с концентрацией 1; 0,5; 0,025; 0,01 и 0,005 М. Измерить электропроводность согласно инструкции к прибору. Построить калибровочный график, по которому определить содержание солей в контрольной смеси.

Лабораторная работа № 32

«Определение содержания вещества методом кондуктометрического титрования»

Тема 2.5 Электрохимические методы анализа

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучение метода кондуктометрического титрования

Задача: определить массу HCl и H₃BO₃ (г) в выданной для анализа пробе, используя метод кислотно-основного кондуктометрического титрования;

Оборудование, посуда, реактивы:

6. кондуктометр с измерительным датчиком;
7. магнитная мешалка со стержнем; бюретка;
8. стакана вместимостью 150–200 мл, 2 шт;
9. стандартный 0,1 н. раствор NaOH.

Методика проведения работы:

Определение содержания HCl и H₃BO₃ в смеси. Сущность работы. Кислотно-основные реакции широко применяются как в кондуктометрическом, так и в pH-метрическом титровании, на чем и основано дифференцированное определение сильной и слабой кислот в смеси. При титровании смеси сильной кислоты HCl и слабой H₃BO₃ (pK₁ = 9,15; pK₂ = 12,74; pK₃ = 13,80) стандартным раствором щелочи сначала будет оттитровываться HCl:

$\text{HCl} + \text{NaOH} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$, а затем – слабая борная кислота.

При кондуктометрическом титровании излом на кривой титрования слабой кислоты можно получить даже при pK_a = 10, что позволяет оттитровать H₃BO₃ по первой ступени в отсутствие многоатомных спиртов. Кривая титрования смеси HCl и H₃BO₃ имеет 2 излома, соответствующих последовательному протеканию реакций:

$\text{H}^+ + \text{Cl}^- + \text{Na}^+ + \text{OH}^- = \text{Na}^+ + \text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$;

$\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{Na}^+ + \text{OH}^- = \text{BO}_3^{2-} + \text{Na}^+ + 2\text{H}_2\text{O}$.

При титровании HCl наблюдается резкое уменьшение электропроводности раствора, так как очень подвижные ионы H⁺ (λ₀ = 362) заменяются менее подвижными ионами Na⁺ (λ₀ = 52).

При титровании слабой борной кислоты происходит увеличение числа ионов в растворе за счет образования сильного электролита – соли NaBO₂ (метабората натрия), поэтому кривая пойдет вверх. После достижения второй т. эк. за счет введения избытка титранта NaOH кривая пойдет вверх более круто, так как в растворе появятся ионы OH⁻ с высокой подвижностью (λ₀ = 205).

Получить одинаковые пробы анализируемого раствора в 2 стакана вместимостью 150–200 мл. Для проведения кондуктометрического титрования пробу разбавить дистиллированной

водой и титровать стандартным раствором щелочи, добавляя его порциями по 0,2–0,5 мл и измеряя удельную электропроводность раствора после добавления каждой порции титранта. По полученным данным построить кривую титрования, определить объемы титранта, затраченные на достижение обеих т. экв., и рассчитать массы кислот в смеси (г) по закону эквивалентов.

Лабораторная работа 33

«Определение массовой доли фармацевтических препаратов методом кулонометрии»

Тема 2.5 Электрохимические методы анализа

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить метод кулонометрического титрования.

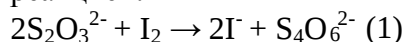
Реактивы и оборудование указаны в технической документации

Задача: выполнить определение содержания тиосульфата в образце.

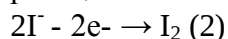
Методика проведения работы:

Определение тиосульфата натрия методом кулонометрического титрования.

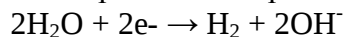
Кулонометрическое титрование тиосульфата натрия проводится иодом в соответствии с реакцией:



Молекулярный иод электрогенерируется окислением иодид-иона на платиновом аноде по реакции:



Для этого в анализируемый раствор в качестве вспомогательного реагента вводится иодид-ион в количестве, тысячекратно превышающем концентрацию KI, необходимую для получения иода стехиометрично взаимодействующего с тиосульфатом натрия (реакция 1). Это позволяет поддерживать постоянное значение потенциала генерирующего анода и исключает протекание на нем побочных реакций. Определение КТТ проводится визуально по изменению окраски крахмала, образующего в момент завершения основной реакции (1) иод-крахмальным комплекс синего цвета со свободным иодом. Катодное пространство отделяется от анодного полупроницаемой мембраной из агар-агара с насыщенным раствором хлористого калия. Для предотвращения перетекания раствора через мембрану уровень жидкости в катодном и анодном пространствах устанавливается одинаковым. С целью увеличения электропроводности раствора в катодное пространство добавляется фоновый электролит – насыщенный раствор KCl. При этом на платиновом катоде выделяется газообразный водород за счет восстановления воды.



Порядок выполнения работы

1. Платиновые электроды подготавливают к работе, погружая их в раствор азотной кислоты (1:1) на 3-5 мин. Затем электроды промывают водопроводной и дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой.

2. В анодное пространство ячейки наливают 10 см³ насыщенного раствора KCl.
 3. В катодное пространство отмеряют пипеткой 5 см³ исследуемого раствора, приливают 10 см³ 10 % KI, 1 см³ крахмала и 20-25 см³ дистиллированной воды, так чтобы уровень жидкости в катодном и анодном пространствах ячейки был одинаковым.
 4. Опускают электроды в раствор, включают магнитную мешалку.
 5. Начинают титрование, одновременно включая напряжение и секундомер. В процессе электролиза сила тока поддерживается постоянной в пределах от 6 до 12 мА. Момент завершения реакции определяется по появлению сине-фиолетовой окраски раствора.
 6. Титрование повторяют несколько раз, так чтобы расхождение в определении времени не превышало 5 секунд.
 7. После каждого титрования электроды и ячейку промывают дистиллированной водой.
 8. После полного завершения работы промытые электроды погружаются в кулонометрическую ячейку, заполненную дистиллированной водой.
- В соответствии с вариантом в мерную колбу на 100 см³ отбирают исследуемый раствор тиосульфата натрия. В катодную часть ячейки помещают 10 см³ насыщенного раствора KCl. В анодную часть наливают 30 см³ 10 % раствора KI, 1 см³ 1 % раствора крахмала, аликвотную часть приготовленного раствора Na₂S₂O₃ (5 см³) и дистиллированной воды (5 см³) так, чтобы уровень жидкостей в анодном и катодном пространствах были приблизительно одинаковыми. Затем туда же помещают магнитный стержень и устанавливают ячейку на магнитную мешалку. В обе части ячейки погружают платиновые электроды и начинают перемешивание. Включают одновременно миллиамперметр и секундомер. Значение силы тока поддерживают постоянным, в пределах от 6 до 10 мА. Титрование завершают при первом появлении слабой сине-фиолетовой окраски раствора. Эксперимент повторяют несколько раз до тех пор пока расхождение в определении времени электролиза не будет превышать 5 секунд. После каждого титрования ячейка промывается дистиллированной водой, а после полного завершения работы заполняется насыщенным раствором хлористого калия выше уровня агар-агаровой перегородки.
- Расчет количества определяемого вещества:
- Расчет массы тиосульфата натрия проводится по формуле:
- $$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = [It M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) V_k] / (F Z V_{\text{п}}),$$
- где, $m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – масса тиосульфата натрия, мг;
- $M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – молярная масса определяемого вещества, г/моль;
- Z – число эквивалентности, определяемое числом электронов, участвующих в полуреакции окисления одного иона тиосульфата;
- I – сила тока, мА;
- t – время электролиза, с;
- V_k – вместимость мерной колбы, см³ ;
- $V_{\text{п}}$ – объем пипетки, см³;
- F – число Фарадея (96 500 Кл/моль)

Лабораторная работа № 34

«Определение содержания алканов в модельной смеси методом газожидкостной хроматографии»

Тема 2.6 Хроматографический анализ

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методы анализа газообразных продуктов методом ГЖХ

Задача: выполнить анализ модельной смеси алканов, провести вычисления методом внутренней нормализации.

Приборы и реактивы:

1. Хроматограф любой марки с подходящей колонкой.
2. Модельная смесь: октан:гептан:гексан

Методика проведения работы:

Включить хроматограф и подготовить его согласно инструкции к прибору.
После выхода прибора на режим подобрать необходимую пробу для анализа (чтобы не было зашкаленных пиков).
Провести три параллельных определения, провести вычисления по хроматограммам
Методом внутренней нормализации.
Рассчитать среднее значение.

Лабораторная работа № 35

«Определение содержания в растворе нейтральных солей методом ионообменной хроматографии»

Тема 2.6 Хроматографический анализ

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: определить содержание соли в растворе методом ионообменной хроматографии.

Оборудование и реактивы:

1. колонка с катионитом КУ-2-8 в Н – форме;
2. раствор соли;
3. раствор натрия гидроксида, 0,1 н раствор;
4. пипетка емкостью 1, 2 или 5 мл, 1 шт.;
5. бюретка емкостью 25 мл, 1 шт.;
6. колбы для титрования емкостью 100 - 250 мл, 3 шт.;
7. индикатор: метиловый оранжевый;
8. универсальный индикатор.

Методика проведения работы:

Отобрать заданное преподавателем количество соли и нанести на колонку. Элюировать водой со скоростью 20 – 25 капель в минуту до нейтральной реакции по универсальному индикатору. Собрать элюата около 100 мл, добавить 2-3 капли индикатора метилового оранжевого и титровать раствором натрия гидроксида до оранжевой окраски раствора.
По результатам рассчитать содержание соли в растворе и относительную ошибку определения.

Лабораторная работа № 36

«Разделение и обнаружение веществ методом тонкослойной хроматографией»

Тема 2.6 Хроматографический анализ

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: познакомиться с методами ТСХ: нанесение пробы, хроматографирование, проявление, обработка результатов.

Приборы и реактивы:

1. Камера хроматографическая.
2. Пластины для ТСХ: силифол, армсорб или др.
3. Калиброванный капилляр.
4. Система растворителей: ацетон и 25% аммиак в отношении 8:3, соответственно.
5. Фильтровальная бумага.
6. Раствор глицерина и триэтиленгликоля в спирте.
7. Ультрахемоскоп.
8. Йодная камера.
9. Карандаш.
10. Линейка.

Задание: выполнить анализ смеси спиртов методом ТСХ.

Методика проведения работы: ***Разделение многоатомных спиртов методом ТСХ***

Для разделения веществ методом хроматографии в тонком слое сорбента используют хроматографические камеры подходящего размера.

Камера представляет собой плотно закрывающийся сосуд с плоскими стенками. На дно камеры наливают подвижную фазу в количестве, достаточном для образования слоя глубиной 5 мм, камеру закрывают и выдерживают для насыщения парами растворителей 30-60 минут. Стенки камеры для полноты насыщения обкладывают фильтрованной бумагой. Эта бумага пропитывается налитым на дно камеры (при восходящей ТСХ) растворителем. Анализируемый раствор наносят микропипеткой или микрошприцем на линию старта, проведенную на расстоянии 1,5-2 см от нижнего края пластики, так, чтобы пятна образцов стояли друг от друга и от краев слоя сорбента не менее чем на 2 см. Нежелательное растекание пятен анализируемых проб при нанесении предотвращают путем периодического подсушивания.

После окончательного высыхания нанесенных на линию старта пятен пластинку вносят в камеру. Нижний край пластинки при этом должен погрузиться в подвижную фазу на 0,5-1 см.

Пластины с закрепленным слоем сорбента располагают под углом $60-90^0$ к поверхности жидкости. Когда фронт растворителя пройдет 15-20 см, пластинку вынимают, отмечают положение фронта и открывают пятна хроматографированных веществ. Пятна открывают, просматривая ультрафиолете и проявляя в йодной камере, измеряют расстояние от старта до середины пятна (ℓ_2) и от старта до линии, прошедшей фронтом растворителя (ℓ_1). Далее

рассчитывается R_f :
$$R_f = \frac{\ell_2}{\ell_1}$$

Вид пластинки зарисовывается в тетрадь.

Лабораторная работа 37

«Разделение железа (III) и меди (II) методом бумажной хроматографии»

Тема 2.6 Хроматографический анализ

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: познакомиться с методами бумажной хроматографии: нанесение пробы, хроматографирование, проявление, обработка результатов.

Приборы и реактивы:

1. Чашка Петри.
2. Фильтр (синяя лента).
3. Пробирка.
4. Пипетка.
5. Капилляр.
6. Раствор гексаноферрата(II) калия.
7. Раствор диметилглиоксима спиртовый или аммиачный.
8. Аммиак, 25%.

Задание: провести определение смеси катионов металлов методом бумажной хроматографии.

Методика проведения работы:

В пробирке смешивают по 2-3 капли 0,2 моль/дм³ (C_э) растворов солей меди (II), никеля (II), железа (III) (раствор соли железа предварительно нейтрализуют 2 моль/дм³ раствора аммиака).

Помещают 1-2 капли полученного раствора солей на бумагу, предварительно пропитанную 3,5%-ным раствором гексацианоферрата (II) калия, проявляют 1-2 каплями воды и держат над парами аммиака. После подсушивания опрыскивают спиртовым или аммиачным раствором диметилглиоксима.

В центре наблюдают бурое пятно, соответствующее ионам меди (II), далее – зона синеватого цвета, соответствующие ионам железа (III), на периферии – зона красного цвета, соответствующая ионам никеля (II).

Контрольные вопросы

1. Хроматография. Сущность метода, основные параметры. Классификация: по механизму разделения, агрегатному состоянию фаз, технике эксперимента, способу относительного перемещения фаз. Подвижная и неподвижная фазы в хроматографии. Их типы и требования к ним. Краткая характеристика.
2. Виды хроматографических методов по фазовому состоянию (газо- и газожидкостная хроматография). Сущность методов. Хроматограмма, её важнейшие характеристики. Качественная (параметры удерживания (время, объем) и разделения (степень, коэффициент, число теоретических тарелок)) и количественная (методы абсолютной калибровки, внутренней нормировки, внутреннего стандарта) оценка хроматограмм. Понятие о высокоэффективной жидкостной хроматографии.
3. Бумажная и тонкослойная хроматография. Их сущность, основные характеристики. Коэффициент подвижности. Материалы. Степень и коэффициент разделения, растворители. Элюотропные ряды. Возможности, достоинства и недостатки.

4. Ионообменная хроматография. Сущность. Ионообменное равновесие. Иониты (катиониты, аниониты, амфолиты), ёмкость ионитов. Этапы работы в ионообменной хроматографии на примере определения содержания сульфата натрия в растворе. Возможности, достоинства и недостатки.

Приложение А

Министерство науки и высшего образования РФ
ФГБОУ ВО
«Иркутский национальный исследовательский технический университет»
Филиал ФГБОУ ВО ИРНИТУ в г. Усолье-Сибирском

Отчет
по лабораторной работе №
по МДК.01.01 Основы аналитической химии и физико-химических методов анализа

название работы

« » 202 г.