

©Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
АМУРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
Инженерно-физический факультет

В.И. Митрофанова

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Методические указания для лабораторных работ (часть 3)
для студентов направления подготовки
18.03.01 «Химическая технология»



Благовещенск

2024

ББК 24.4 я 73

А 64

Рекомендовано

учебно-методическим советом университета

Рецензенты:

Лескова С.А., кандидат химических наук, доцент кафедры химии и химической технологии Амурского государственного университета;

Пакурина А.П., доктор химических наук, профессор Дальневосточного государственного аграрного университета

Составитель: Митрофанова В.И.

Аналитическая химия. Методические указания для лабораторных работ (часть 3) : учеб.-метод. пособие. / сост. В. И. Митрофанова; Амур. гос. ун-т; Ин-т компьютер. и инженер. наук . - Благовещенск: АмГУ, 2024. – 67 с.

Данное учебно-методическое пособие представляет собой методическое руководство для подготовки к лабораторным работам (является продолжением 1 и 2 части) по дисциплине «Аналитическая химия» для студентов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология».

Учебно-методическое пособие содержит тематический перечень лабораторных работ и методические рекомендации к их выполнению по разделам количественного анализа (физико-химического анализа): спектральные методы анализа, электрохимические методы анализа. Кроме того, методические рекомендации содержат задания для выполнения экспериментальной части лабораторных работ, указаны понятия и термины для предварительной теоретической подготовки к лабораторным работам. Также перечислены знания, умения и навыки, приобретаемые студентами в результате выполнения лабораторных работ.

Представляемые рекомендации для подготовки и выполнения лабораторных работ направлены на закрепление теоретических знаний, а также развитие у студентов навыков проведения лабораторного эксперимента, в том числе навыков научно-исследовательской работы.

© Амурский государственный университет, 2024

© Митрофанова В. И., составление

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
Примерная тематика лабораторных работ.....	7
Методические рекомендации для подготовки к выполнению лабораторных работ.....	9
Примерный перечень вопросов для допуска/защиты лабораторных работ.....	13
Основные безопасные правила работы в аналитической лаборатории и внутренний распорядок.....	19
Выполнение лабораторных работ.....	23
Рекомендуемые литературные источники.....	63

ВВЕДЕНИЕ

«Аналитическая химия» (АХ) – это базовая дисциплина при подготовке бакалавров-технологов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология», знание которой позволит более полноценно осваивать и другие дисциплины химико-технологического содержания.

Методические указания составлены в соответствии с Федеральным государственным стандартом и учебным планом АмГУ для направления подготовки 18.03.01 и определяют немалый объем аудиторного времени на лабораторный практикум. А так как программа дисциплины АХ включает довольно обширный материал для изучения, поэтому предлагаемые методические указания (МУ) разработаны для лабораторных практикумов по АХ, состоящих из четырёх частей – «Очистка вещества. Определение степени чистоты вещества» (1 часть), «Качественный анализ» (2 часть), «Количественный анализ - гравиметрический и титриметрический» (3 часть) и «Физико-химические методы анализа (инструментальные)» (4.1 и 4.2 части). Таким образом, МУ, включающие темы разделов 1, 2 и 3 части, уже созданы и имеют нумерацию – 1 и 2 части. Представляемые МУ к лабораторным работам по АХ имеют нумерацию – 3 часть, включающие разделы количественного анализа: спектральные методы анализа и электрохимические методы.

Целью освоения химического лабораторного практикума является выработка и развитие у будущих специалистов умений и навыков в проведении количественного анализа.

В результате освоения аналитического лабораторного практикума по АХ решаются следующие задачи:

- формирование обобщенных приёмов научно-исследовательской деятельности;
- развитие навыков обращения с различными веществами, приборами и оборудованием при выполнении лабораторного эксперимента;
- формирование умений использовать полученные знания по аналитической химии в прикладной области своей деятельности.

В процессе освоения данной дисциплины студент формирует и демонстрирует следующие *общефессиональные компетенции (ОПК)*:

- Способен обеспечивать проведение технологического процесса, использовать технические средства для контроля параметров технологического процесса, свойств сырья и готовой продукции, осуществлять изменение параметров технологического процесса при изменении свойств сырья (ОПК-4);
- Способен осуществлять экспериментальные исследования и испытания по заданной методике, проводить наблюдения и измерения с учетом требований техники безопасности, обрабатывать и интерпретировать экспериментальные данные (ОПК-5)

В результате освоения дисциплины Аналитическая химия студент должен демонстрировать следующие результаты образования, определяемые стандартом специальности:

Знать: основные этапы качественного и количественного химического анализа; теоретические основы и принципы химических и физико-химических методов анализа – электрохимических, спектральных, хроматографических; методы разделения и концентрирования веществ; методы метрологической обработки результатов анализа; методы идентификации математических описаний технологических процессов на основе экспериментальных данных.

Уметь: выполнять количественный анализ химическими и физико-химическими методами на основе измерения величины аналитического сигнала; проводить количественный анализ органического или неорганического соединения с использованием физико-химических методов анализа; выполнять анализ некоторых промышленных и природных объектов на основе самостоятельного выбора схемы анализа и методики его проведения; выбирать метод анализа для заданной аналитической задачи и провести статистическую обработку результатов

аналитических определений; оформлять результаты анализа с учетом метрологических характеристик; планировать и проводить физико-химический эксперимент.

Владеть: методами определения оптимальных и рациональных технологических режимов работы оборудования; методами работы на различных аналитических установках и приборах; навыками измерения аналитического сигнала; методами проведения химического анализа и метрологической оценки его результатов; методиками расчета результатов анализа; методами математической статистики для обработки результатов активных и пассивных экспериментов; способами интерпретации результатов исследования.

ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

№ п/п	Тема занятия	Форма отчётности и контроля*
1	2	3
1	<p>Правила техники безопасности при проведении лабораторных исследований в аналитических лабораториях. Противопожарная безопасность.</p> <p>Лабораторная работа № 1. Спектральные методы анализа. Фотозлектроколориметрический анализ. Определение нитритов с реактивом Грисса.</p>	ЗЛР (ОЛР)
2	<p>Лабораторная работа № 2. Спектральные методы анализа. Фотозлектроколориметрический анализ. Определение аммиака и ионов аммония с реактивом Несслера.</p>	ЗЛР (ОЛР)
3	<p>Лабораторная работа № 3. Спектральные методы анализа. Фотозлектроколориметрический анализ. Определение содержание меди(II) в аммиакатах.</p>	ЗЛР (ОЛР)
4	<p>Контрольная лабораторная работа № 1 (4) (с использованием фотозлектроколориметрического анализа по методикам нормативных документов по заданию преподавателя). Тема: Определение содержания железа с сульфосалициловой кислотой в питьевой или технологической воде.</p>	КЛР (отчет)
5	<p>Лабораторная работа № 5. Спектральные методы анализа. Турбидиметрический анализ. Определение сульфатов в водном растворе или в минеральной воде.</p>	ЗЛР (ОЛР)
6	<p>Лабораторная работа № 6. Рефрактометрический анализ. а) Определение показателя преломления и концентрации растворенного вещества в растворах сахарозы (глюкозы или другого сахара). б) Определение коэффициента преломления органических растворителей и установление его зависимости от плотности.</p>	ЗЛР (ОЛР)
7	<p>Лабораторная работа № 7. Определение концентрации этилового спирта в водном растворе.</p>	ЗЛР (ОЛР)
8	<p>Контрольная лабораторная работа № 2 (8) (с использованием рефрактометрического анализа по методикам нормативных документов по заданию преподавателя). Тема № 1. Определение фактора показателя преломления раствора хлорида кальция или другого препарата. Тема № 2. Рефрактометрический метод определения содержания бромида калия в растворе.</p>	КЛР (отчет)
9	<p>Лабораторная работа № 9. Потенциометрия (рН-метрия).</p>	ЗЛР (ОЛР)

1	2	3
	Определение водородного показателя и степени гидролиза солей потенциометрическим методом.	
10	Лабораторная работа № 10. <i>Потенциометрия (рН-метрия).</i> Определение хлороводородной и борной кислот их смеси.	ЗЛР (ОЛР)
11	Контрольная лабораторная работа № 3 (11) (с использованием методов потенциометрического анализа по методикам нормативных документов по заданию преподавателя). Тема: Определение титруемой кислотности сока потенциометрическим методом.	КЛР (отчет)
12	Лабораторная работа № 12. Кондуктометрическое титрование сильной кислоты, слабой кислоты, смеси сильной и слабой кислот сильной щёлочью.	ЗЛР (ОЛР)
13	Лабораторная работа № 13. <i>Кондуктометрическое титрование.</i> Определение содержания хлоридов и иодидов в их смеси.	КЛР (отчет)

*Сокращенные обозначения: ЗЛР (ОЛР) – защита лабораторной работы и отчет по лабораторной работе; КЛР - контрольная лабораторная работа.

РЕКОМЕНДАЦИИ

ДЛЯ ПОДГОТОВКИ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Лабораторный практикум по аналитической химии, в частности по количественному анализу, как правило, это обязательная форма аудиторной работы при освоении дисциплин химического цикла и таким образом, его выполнение позволяет реализовать различные образовательные цели. Во-первых, студенты получают навыки экспериментальной и научно-исследовательской работы, умения обращаться с оборудованием, приборами и реактивами. Во-вторых, предлагаемый теоретический материал к каждому занятию, позволит углубить, систематизировать и получить новые знания по основным разделам аналитической химии, в том числе применяя эти знания на практике. В-третьих, лабораторный практикум развивает умения правильно подготовить приборное оборудование к анализу, проводить наблюдения за физико-химическими экспериментами и фиксацией аналитических сигналов, закрепляет полученные теоретические знания. Реальное выполнение эксперимента в химико-аналитических лабораториях является важнейшей формой и самостоятельной работы студентов, в результате которой они получают наглядное представление о реакционной способности элементов и их соединений, исследуют и идентифицируют открываемые вещества, овладевают умениями объяснять протекающие процессы и делать корректные выводы.

Примерный тематический перечень лабораторных работ охватывает основные разделы курса аналитической химии. Лабораторные работы, на основе полученных теоретических знаний на лекциях, а также по ряду тем освоенных самостоятельно, позволят научиться практически разными методами получать вещества и затем рассчитывать их количество, идентифицировать соединения и прогнозировать их поведение в тех или иных физико-химических процессах, а также позволят приобрести навыки составления алгоритма постановки будущего эксперимента и получения объективных результатов.

Лабораторные работы проводятся в соответствии с учебно-методическими указаниями с использованием практикумов для выполнения лабораторных работ, указанных в литературных источниках. Инструктаж по технике безопасности при работе в химико-аналитической лаборатории проводится на первом лабораторном занятии и оформляется в журнале по ТБ. На этом же занятии студенты знакомятся с правилами выполнения и защиты лабораторных работ, оформлением отчетов. В частности, студентам заранее выдается выписка из рабочей программы с тематикой лабораторных занятий, согласно которой они должны подготовиться к выполнению лабораторной работы, изучив соответствующий теоретический материал и методику проведения лабораторной работы по литературным источникам, включая лекционный материал. Студент должен иметь рабочую тетрадь (лабораторный журнал) для лабораторных работ, в оформлении которой обязательно записывается тема, цель работы, оборудование и реактивы, названия опытов, этапы проведения, химические реакции, наблюдения, интерпретация результатов, выводы, а также, где это необходимо приводятся расчёты, оформляются таблицы и графики.

При подготовке к выполнению лабораторной работы необходимо изучить основной и дополнительный материал по теме данной работы. Тщательно разобраться в описании работы, изучить реактивы и разобраться в оборудовании, с которым придётся работать, уяснить технику проведения экспериментальной части и требования техники безопасности при работе с реактивами, оборудованием и приборами. Оформить требуемую часть лабораторной работы, если необходимы предварительные расчёты данных, выполнить их. Ответить на все вопросы контроля, представленные в лабораторном практикуме. Студент должен уяснить, что кроме навыков работы с реактивами и оборудованием, эта подготовка помогает ему формировать свойства личности, необходимые исследователю: аккуратность, методичность, точность, внимательность и пунктуальность в работе.

Лабораторная работа – это, по сути, учебное научное исследование, выполнение которого в свою очередь, позволит одновременно овладевать и первичными научно-исследовательскими навыками, применяя их в дальнейшем при

подготовке курсовых и других видов практико-экспериментальных работ. Перечень тем лабораторных работ обусловлен требованиями подготовки бакалавров данного направления подготовки и программой курса, а также наличием приборного обеспечения, оборудования и реактивов, необходимых для их проведения.

Теоретический материал поможет студентам освоить и закрепить основополагающие законы явлений, определяющих появление аналитического сигнала в том или ином процессе и способы его регистрации, а также методические принципы проведения химического и физико-химического анализа.

Отчёт по выполненной лабораторной работе как было отмечено выше оформляется в отдельной тетради (или так называемый лабораторный журнал) и должен содержать следующие части:

- номер и тему лабораторной работы;
- цель работы;
- перечень реактивов и оборудования;
- ход работы в зависимости от темы должен включать краткое описание по этапам выполнения с указанием условий проведения и результатов наблюдений, написания, если необходимо, химических реакций или их схем, оформления результатов анализа в табличном варианте;
- графический материал оформляется на миллиметровой бумаге со всеми выходными данными или на ПК в программе MS Excel и помещается строго в той части работы, где на него есть ссылка, это касается и таблиц с полученными количественными результатами;
- корректный вывод по работе с интерпретацией результатов.

Для допуска к защите лабораторной работы студент должен оформленную работу с отчётом сдать на проверку преподавателю. Если за отчёт студент получает положительный отзыв и оценку, то работа считается допущенной к защите и далее предлагается собеседование по вопросам, представленным после лабораторных работ. Если работа оценена на неудовлетворительно, студент обязан переоформить или при небольших замечаниях исправить работу и сдать повторно на проверку.

Защита лабораторных работ проводится либо во внеаудиторное время, либо на последнем занятии и может быть, как устной, так и письменной (в виде теста или задания).

Студенты, пропустившие лабораторную работу, обязаны её отработать и сдать отчёт.

Студенты, не выполнившие учебный план по лабораторному практикуму к зачету (с оценкой) не допускаются.

ПРИМЕРНЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ ВОПРОСОВ ДЛЯ ДОПУСКА/ЗАЩИТЫ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Подготовка к допуску для выполнения лабораторной работы и далее к ее защите предусматривает работу с контрольными вопросами. Студент должен повторить лекционный материал, прочитать дополнительно рекомендованные преподавателем литературные источники, интернет-источники и составить ответ на предлагаемые контрольные вопросы.

Ниже перечисленные вопросы используются при проведении устной защиты лабораторных работ после проверки отчёта и получении положительной оценки.

Раздел: Спектральные методы анализа.

Фотометрический и оптический анализ.

Темы:

- 1) Определение нитритов с реактивом Грисса (фэк*).
- 2) Определение аммиака и ионов аммония с реактивом Несслера (фэк).
- 3) Определение содержания меди (II) в аммиакатах (фэк).
- 4) Определение содержания железа (III) с сульфосалициловой кислотой в питьевой или технологической воде (фэк).
- 5) Определение сульфатов в водном растворе или в минеральной воде (турбидиметрия).

*фэк – фотоэлектроколориметрия

Вопросы для контроля знаний:

1. В чем сущность спектрофотометрических методов анализа?
2. В какой области спектра проводятся измерения в спектрофотометрии?
3. Сформулируйте основной закон светопоглощения.
4. Перечислите причины отклонений от основного закона светопоглощения в спектрофотометрии. Приведите конкретные примеры.
5. Что определяет коэффициент пропускания, оптическая плотность?
6. Представьте закон Бугера–Ламберта–Бера в математической форме – в экспоненциальной и логарифмической; в чем преимущество второй

формулы?

7. Каков физический смысл молярного коэффициента поглощения?

От каких факторов он зависит?

8. Что означает свойство аддитивности оптической плотности?

9. Как зависят оптическая плотность и пропускание от концентрации вещества?

10. Чем определяется выбор оптического прибора и толщина кюветы для измерения оптической плотности и пропускания раствора?

11. Для чего используются светофильтры в фотометрии?

12. Что используют в качестве монохроматоров в фотометрии?

13. В чем сущность метода градуировочного (калибровочного) графика и каковы его особенности?

14. Приведите основной закон светорассеяния Рэлея и охарактеризуйте величины, входящие в это уравнение.

15. Как зависит интенсивность рассеянного света от:

а) длины волны падающего света;

б) размера частиц дисперсной фазы (рассеивающих частиц)?

16. Каковы условия приготовления суспензий?

17. Какой свет рассеивается в наибольшей степени твердыми частицами дисперсной фазы (красный, зеленый, синий, желтый)?

Рефрактометрический анализ.

Темы:

1) Рефрактометрическое определение показателя преломления.

2) Определение концентрации этилового спирта в водном растворе.

3) Определение фактора показателя преломления раствора хлорида кальция рефрактометрическим методом.

Вопросы для контроля знаний:

1. На чем основан рефрактометрический анализ?

2. Дайте определение показателя (коэффициента) преломления.

3. Чем отличаются абсолютный и относительный показатели прелом-

- ления? Какие факторы влияют на значение показателя преломления?
4. Какова зависимость показателя преломления от концентрации и плотности вещества?
 5. Что такое дисперсия света? В какой области длин волн дисперсия максимальна?
 6. Для каких характеристик вещества служит показатель преломления?
 7. Сформулируйте закон преломления Снеллиуса.
 8. Что такое молярная и удельная рефракция молекул, каков их физический смысл?
 9. В чем сущность правила аддитивности молярных рефракций?
 10. Какую информацию дает молярная рефракция, для каких целей она может быть использована?
 11. Перечислите основные рабочие узлы рефрактометра.
 12. Какие функции выполняют осветительная и измерительная призмы?
 13. Какова методика количественного анализа с помощью калибровочного графика?
 14. Определить концентрацию этиленгликоля в воде, если показатель преломления этиленгликоля 1,4318, воды – 1,3333, а раствора – 1.367.
Ответ: 35 %.
 15. Определить содержание этилового спирта ($n = 1,3613$), если показатель в глицерине ($n = 1,4744$), если показатель преломления смеси равен 1,4210. Ответ: 57 %.

Раздел: Электрохимические методы анализа.

Потенциометрический анализ (потенциометрия).

Темы:

- 1) Определение водородного показателя и степени гидролиза солей потенциометрическим методом.
- 2) Определение хлороводородной и борной кислот в их смеси методом потенциометрического титрования.

3) Определение титруемой кислотности сока потенциометрическим методом.

Вопросы для контроля знаний

1. Какова природа происхождения аналитического сигнала в электрохимических методах анализа?
2. В чем сущность потенциометрического метода анализа?
3. Какого рода определения можно проводить с помощью потенциометрического анализа?
4. Каково устройство: а) водородного электрода; б) хлорсеребряного электрода; в) стеклянного электрода; г) каломельного электрода.
5. Каковы функции индикаторного электрода и электрода сравнения?
6. Перечислите основные требования к индикаторному электроду и электроду сравнения.
7. Причины возникновения погрешностей при измерении рН стеклянным электродом и их основные источники.
8. Перечислите основные требования по уходу за электродами.
9. В чем заключается подготовка рН-метра к работе?
10. Что такое водородный и гидроксильный показатели? Как они связаны с концентрацией катионов водорода и гидроксид-ионов?
11. В чем заключается сущность потенциометрического титрования?
12. Для чего используются кривые титрования в потенциометрии? Как определяется точка эквивалентности в потенциометрическом титровании?
13. В координатах каких показателей потенциометрического титрования кривые титрования дают более точную информацию?

Кондуктометрический анализ (кондуктометрия)

Темы:

- 1) Кондуктометрическое титрование сильной кислоты, слабой кислоты, смеси сильной и слабой кислот сильной щёлочью.

- 2) Определение содержания хлоридов и йодидов в смеси кондуктометрическим титрованием.

Вопросы для контроля знаний

1. В чем сущность кондуктометрического метода анализа?
2. Для чего предназначены кондуктометры?
3. От каких факторов: а) температура; б) концентрация иона; в) природа иона; г) скорость перемешивания раствора зависит подвижность иона в растворе?
4. Какая зависимость положена в основу кондуктометрического титрования?
5. Какой вид имеют кривые кондуктометрического титрования для реакций: а) кислотно-основного взаимодействия; б) осаждения; в) комплексобразования?
6. Для чего определяется постоянная электрохимической ячейки в кондуктометрии?
7. Будет ли отличаться кривая кондуктометрического титрования слабой кислоты от кривой титрования сильной кислоты?
8. В чем различие прямой и косвенной кондуктометрии? Какой метод более селективен и почему?
9. В силу каких причин происходит резкое изменение электропроводности в точке эквивалентности?
10. В чем преимущества и недостатки прямой кондуктометрии?
11. Каковы преимущества кондуктометрического титрования перед другими титриметрическими методами?
12. Каковы достоинства кондуктометрического титрования?

ОСНОВНЫЕ БЕЗОПАСНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ И ВНУТРЕННИЙ РАСПОРЯДОК

«1. В учебной лаборатории студенту предоставляется определенное место для занятий и все необходимое для работы: оборудование и реактивы, расположенные в соответствии с правилами техники безопасности.

2. В лабораторию студент должен являться в белом опрятном халате, хирургической шапочке, резиновых перчатках, в чистой обуви.

3. Приносить в лабораторию продукты питания и посторонние вещи личного пользования воспрещается.

4. После вводного объяснения преподавателя по лабораторной работе староста группы обязан назначить дежурных студентов.

5. Все лабораторные работы должны производиться в строгой последовательности, указанной преподавателем, при соблюдении правил техники безопасности и обращения с реактивами и предметами лабораторного оборудования. Студенты должны выполнять указания преподавателя и дежурного лаборанта по ходу занятия. Беспорядок и неаккуратность при выполнении аналитических операций часто приводит к необходимости повторения выполнения работы.

6. При работе в лаборатории студент должен соблюдать полную тишину, частоту и порядок.

7. В лаборатории категорически воспрещается: курить, принимать пищу, пробовать на вкус исследуемые вещества.

8. Строго воспрещается выносить из лаборатории различные вещества и предметы лабораторного оборудования.

9. После выполнения лабораторных работ студент обязан отчитаться перед преподавателем о результатах исследований и привести в полный порядок свое рабочее место:

а) тщательно вымыть и прополоскать дистиллированной водой посуду своего комплекта;

б) протереть склянки реактивного набора и привести в порядок свое рабочее место;

в) привести в порядок и выключить использованную аппаратуру;

г) проверить выключение нагревательных приборов, воды.

10. Сдать свое рабочее место дежурному лаборанту и доложить преподавателю об окончании работы.

11. Дежурные студенты обязаны строго следить за наличием всех необходимых принадлежностей для проведения лабораторных работ, при их недостатке обращаться за пополнением к дежурному лаборанту. После окончания работы дежурные студенты должны прибрать и вычистить все принадлежности и рабочие места общего пользования.

1.1 Работа с кислотами и щелочами

1. Работать с концентрированными кислотами и щелочами необходимо осторожно. Следить затем, чтобы они не попадали на кожу или одежду, так как при этом могут вызвать ожоги тела и порча одежды.

2. При работе с большими количествами концентрированных растворов кислот и щелочей необходимо:

а) надеть резиновые перчатки, фартук и защитные очки;

б) баллоны с указанными жидкостями необходимо поместить на подставку, а затем медленно наклонять и переливать эти растворы через воронки в хорошо вымытые и высушенные склянки;

в) категорически запрещается втягивать ртом через пипетки концентрированные растворы кислот и щелочей;

г) щелочи, которые находятся в твердом состоянии, необходимо набирать из склянок с помощью пинцетов или шпателя. При измельчении твердых щелочей глаза следует защищать специальными очками.

3. Готовя разбавленные растворы концентрированной серной кислоты необходимо помнить, что при разбавлении ее выделяется большое количество тепла, поэтому от прибавления воды к кислоте она может разбрызгиваться и падать на тело и одежду.

Необходимо осторожно и медленно приливать кислоту к воде, а не наоборот.

1.2 Работа с ядовитыми и вредными веществами

1. При работе в химической лаборатории всегда нужно помнить, что большинство применяемых в лаборатории веществ в той или иной степени ядовиты. Поэтому даже практикуемый в лаборатории метод предварительного определения вещества по запаху следует проводить с большой осторожностью.

2. Опыты, сопровождающиеся выделением ядовитых газов и паров, должны выполняться только в вытяжном шкафу с хорошей тягой.

3. При работе с особо опасными веществами в лаборатории должно находиться не менее двух сотрудников.

4. В лаборатории должно быть изолированное помещение или сейф для хранения дневной потребности ядовитых сильнодействующих веществ.

5. Все работы по расфасовке ядовитых и вредных веществ необходимо выполнять в резиновых перчатках и в защитных очках, а при необходимости в противогазе.

6. Для отмеривания вредных и ядовитых веществ следует пользоваться пипетками со специальным приспособлением.

7. В химической лаборатории запрещается прием пищи и хранение продуктов.

8. После работы в лаборатории с вредными и ядовитыми веществами необходимо хорошо вымыть руки.

1.3 Первая помощь при несчастных случаях

Несчастные случаи (ожоги, поражения, отравления) в лабораториях могут быть в результате несоблюдения техники безопасности или в результате неаккуратной работы.

Оказание первой помощи пострадавшему состоит в следующем:

1. При попадании кислот на кожу это место вначале необходимо аккуратно промыть водой, а затем раствором бикарбоната натрия. При попадании на кожу концентрированной серной кислоты перед промыванием водой поврежденного

участка тела необходимо осторожно вытереть этот участок сухим ватным тампоном или сухой тряпочкой.

2. При попадании концентрированных растворов едких щелочей на кожу поврежденное место необходимо промыть последовательно водой и разведенной уксусной или лимонной кислотой.

3. При попадании на кожу фенола, брома или других раздражающих веществ необходимо поврежденное место промыть органическим растворителем (спирт, бензин, эфир и т.д.).

4. При отравлениях хлором, бромом, оксидами азота пострадавшему необходимо дать вдыхать пары раствора аммиака, а также дать выпить молока.

5. При термических ожогах тела следует немедленно промыть обожженное место 10%-ным раствором перманганата калия.

6. При порезах рану следует обработать спиртовым раствором йода и перевязать.

7. После оказания первой помощи потерпевшему его необходимо немедленно направить в больницу.

1.4 Меры противопожарной безопасности при работе в лаборатории.

1. При работе особенно осторожно следует обращаться с огнеопасными веществами (эфир, бензин, спирт, сероуглерод, ацетон и др.):

а) при работе с огнеопасными веществами запрещается зажигать спички, газовые горелки, спиртовки; запрещается включать нагревательные приборы;

б) все работы с огнеопасными веществами в лаборатории проводятся под тягой при выключенных нагревательных приборах;

в) все отработанные жидкости, содержащие огнеопасные вещества, должны сливаться в специальные для этих целей предназначенные сосуды.

2. Опасными являются работы со свободным натрием, калием, фосфором. Работы с этими веществами должны вестись в точном соответствии с инструкцией, данной преподавателем.

3. Все работы, связанные с выделением водорода, хлора, брома или другого газа, пара или пыли производятся в вытяжном шкафу.

4. В случае воспламенения горючих жидкостей или других веществ немедленно погасите газовую горелку, выключите нагревательные приборы и тягу и, не трогайте сосуды с огнеопасными веществами, примите меры к тушению пламени:

а) горящие, не смешивающиеся с водой жидкости, прикройте асбестовым покрывалом и затем, если нужно, засыпьте песком. Спирт, ацетон, диметилформамид и другие смешивающиеся с водой вещества гасите водой;

б) фосфор гасите песком или водой;

в) натрий, калий – сухим песком, но не водой и не огнетушителем;

г) во всех случаях (за исключением воспламенения калия и натрия) воспользуйтесь огнетушителем;

д) если на вас загорится одежда – не бегите, а гасите пламя обертыванием пальто, войлоком, одеялом, если можно, гасите водой. Огнетушитель для этой цели применять нельзя».

ВЫПОЛНЕНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

I. *Спектральные и оптические методы анализа*

1.1 *Фотометрический анализ*

Фотометрический анализ основан на переведении определяемого компонента в окрашенное соединение и измерении оптической плотности, или светопоглощения, полученного раствора, которые зависят от концентрации определяемого вещества. Основные оптические характеристики окрашенных растворов – цвет раствора и интенсивность окраски. Поглощение при определённой длине волны является материальным воплощением информации о качестве и количестве определяемого вещества, составляет аналитический сигнал. Его измеряют путем сравнения интенсивностей света внешнего источника, падающего на образец и прошедшего сквозь него. Уменьшение интенсивности света при прохождении через образец может быть вызвано светопоглощением не только определяемого вещества, но и других компонентов (например, растворителя), а также рассеянием, отражением и т.д.

Чтобы исключить влияние светорассеяния, фотометрируемый раствор должен быть прозрачным. Прочие эффекты можно скомпенсировать, используя раствор сравнения. В простейшем случае им является чистый растворитель или раствор контрольного опыта (содержащий все компоненты, кроме определяемого).

Ослабление светового потока происходит главным образом за счёт поглощения световой энергии раствором. В лабораторной практике при изучении поглощения света растворами пользуются одинаковыми кюветами, для которых мощность отражённой части светового потока заведомо известна, как правило, постоянна и настолько мала, что ею пренебрегают.

Закон Бугера–Ламберта–Бера – основной закон светопоглощения связывает уменьшение интенсивности света, прошедшего через слой светопоглощающего вещества с толщиной его слоя и концентрацией в растворе:

$$I = I_0 10^{-\varepsilon Cl} , \quad (1)$$

где ε – коэффициент поглощения света: постоянная величина, характерная для

каждого окрашенного вещества и зависящая только от его природы; C – концентрация окрашенного вещества в растворе, моль/л; l – толщина слоя светопоглощающего раствора, см.

При логарифмировании этого уравнения получим закон Бугера–Ламберта–Бера в виде:

$$A = \varepsilon \cdot C \cdot l, \quad (2)$$

где A или D – это оптическая плотность раствора.

Возможность получения множества интенсивно окрашенных органических и неорганических соединений расширяют границы применения фотометрических определений в видимой области спектра с помощью довольно несложных и относительно недорогих приборов.

Фотометрические методы анализа высоко чувствительны и избирательны.

У окрашенных веществ максимум поглощения света, в большинстве случаев, находится в видимой области спектра (≈ 500 нм), но может быть смещен в ультрафиолетовую область (K_2CrO_4), а также может смещаться и в инфракрасную – ($CuSO_4$).

Оптическая плотность (D или A) характеризует поглощательную способность вещества, называемую поглощением или светопоглощением – эту величину снимают со шкалы прибора при аналитических определениях. Иногда шкала калибруется на пропускание – T , %.

Спектры поглощения позволяют выбрать оптимальную длину волны для аналитических измерений. Максимуму спектра поглощения соответствует максимальное значение молярного коэффициента поглощения – ε_{max} , т.е. максимальной чувствительности.

При работе с разбавленными окрашенными растворами измерение их оптической плотности следует производить в той области спектра, где поглощение лучей максимально. Это позволит провести количественное определение с наибольшей точностью и чувствительностью.

Из закона Бугера-Ламберта-Бера следует, что основными параметрами фотометрического определения являются *длина волны*, при которой производится

измерение, *толщина кюветы* и *концентрация* светопоглощающего вещества. Существенное влияние оказывают различные химические факторы, связанные с полнотой и условиями протекания фотометрической реакции. В зависимости от свойств анализируемой системы и характеристик применяемого фотометрического прибора выбирают условия анализа, обеспечивающие его высокую надежность и воспроизводимость результатов. *Длина волны*. Измеряют оптическую плотность анализируемого раствора в одной и той же кювете при различных длинах волн. Выбирают ту длину волны, при которой наблюдается максимальное значение оптической плотности. *Толщина кюветы*. При выбранной длине волны измеряют оптическую плотность исследуемого раствора в кюветах с различной толщиной. Для проведения анализа используют ту кювету, в которой измеренные значения оптической плотности попадают в интервал 0,1-1,0, так как в этом интервале наблюдается минимальная ошибка определений.

Уравнение (1) показывает, что чем больше толщина светопоглощающего слоя, тем больше оптическая плотность и, следовательно, тем более чувствительным будет определение при прочих равных условиях. Однако с увеличением толщины слоя возрастают потери на рассеяние света, поэтому кюветы с толщиной слоя больше, чем 5 см, для фотометрии растворов обычно не применяются.

Для проведения фотометрических исследований необходимо соблюдать ряд условий:

➤ цветная реакция должна проходить быстро, избирательно, полностью и воспроизводимо, а окраска образующейся аналитической формы должна

быть устойчивой во времени и к действию света;

- аналитический реагент вводят в количестве, достаточном для перевода всего определяемого вещества в аналитическую форму;

- при проведении реакции выбирают такую область рН, в которой небольшие изменения рН не влияют на светопоглощение, а оно при этом максимально;

- фотометрические измерения проводят в определенном интервале длин волн, при этом ориентируются на большее различие в поглощении аналитической формы и исходных реагентов. Чем больше контрастность, тем удобнее реакция для фотометрирования;

- поглощение всегда измеряют относительно раствора сравнения, поглощение которого принимается за оптический ноль.

Погрешности фотометрических определений возникают вследствие неправильно проведенной химической реакции, использования грязных кювет, невоспроизводимости установки кювет в фотометрическом приборе и неточной настройки его на оптический ноль, нестабильности работы источника сплошного излучения и оптической схемы, а также за счет погрешностей при построении градуировочного графика. Все эти погрешности относятся к систематическим и их можно свести к минимуму при аккуратной работе. Все фотометрические определения проводят по единой схеме:

- переводение пробы анализируемого вещества в раствор;
- получение окрашенной аналитической формы в результате проведения цветной реакции;
- измерение светопоглощения раствора аналитической формы;
- обработка полученных данных.

Лабораторная работа № 1

Определение нитритов с реактивом Грисса.

Цель работы: методом фотоэлектроколориметрии определить содержание нитритов с реактивом Грисса в анализируемом растворе.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить фотоэлектроколориметр к работе в соответствии с инструкцией к прибору; провести согласование кювет по дистиллированной воде; подготовить аналитическую пробу с реактивом Грисса; подготовить 6 растворов в мерных колбах с рабочим стандартным раствором в заданном количестве; провести фотометрирование градуировочных растворов и аналитических проб по заданной длине волны и данные занести в таблицу; построить калибровочный график в координатах оптическая плотность (A) – содержание нитритов (C , мг); находят по калибровочному графику концентрацию нитритов в аналитической пробе и затем пересчитывают их содержание по предложенной формуле.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность фотометрического метода анализа, основной закон светопоглощения – закон Бугера-Ламберта-Бера;
- условия проведения и основные параметры в фотометрических измерениях;
- приборное обеспечение для фотометрического анализа и его оснащение;
- спектральный диапазон, используемый в фотометрических измерениях;
- точность определения компонентов, учёт погрешности фотометрических определений и их учет.

Знать:

- сущность способности нитрит-ионов давать интенсивно окрашенные диазосоединения с первичными ароматическими аминами, интенсивность которых пропорциональна содержанию нитритов в воде.
- методику подготовки стандартных растворов для построения градуировочного графика;
- методику подготовки анализируемой пробы к анализу;
- алгоритм подготовки фотоэлектроколориметра и кювет к работе;
- алгоритм проведения фотометрических измерений, подготовленных к ана-

лизу градуировочных растворов и анализируемых проб;

➤ расчетные формулы для определения содержания определяемого компонента.

Уметь:

➤ отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения фотометрического анализа;

➤ готовить стандартные растворы для построения градуировочного графика, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов;

➤ готовить рабочие растворы из фиксаналов или иным способом;

➤ готовить пробы анализируемых растворов для фотометрирования;

➤ проводить настройку фотоколориметра и проводить согласование кювет;

➤ строить градуировочный график по полученным данным на миллиметровой бумаге или с помощью ПО MS Excel;

➤ определять концентрацию анализируемого компонента по градуировочному графику;

➤ выполнять расчеты по полученным результатам, рассчитывать точность результатов анализа и производить учет погрешностей в анализе.

Владеть:

➤ техникой приготовления стандартных растворов для построения градуировочного графика;

➤ техникой пробоподготовки анализируемого раствора;

➤ техникой подготовки фотометра к работе;

➤ техникой проведения фотометрирования подготовленных растворов;

➤ программным обеспечением MS Excel;

➤ методиками обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории для допуска к выполнению анализа:

➤ назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;

➤ назвать основные положения при работе с концентрированными кисло-

тами и сильными окислителями;

- перечислить основные требования при работе с электроприборами;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после

проведения фотометрического анализа.

Лабораторная работа № 2

Определение аммиака и ионов аммония с реактивом Несслера

Цель работы: методом фотоэлектроколориметрии определить содержание аммиака и ионов аммония с реактивом Несслера в анализируемом растворе.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить фотоэлектроколориметр к работе в соответствии с инструкцией к прибору; провести согласование кювет по дистиллированной воде; подготовить аналитическую пробу с реактивом Несслера; подготовить 7 растворов в мерных колбах с рабочим стандартным раствором в заданном количестве; провести фотометрирование градуировочных растворов и аналитических проб по заданной длине волны и данные занести в таблицу; построить калибровочный график в координатах оптическая плотность (A) – содержание ионов аммония (C , мг); найти по калибровочному графику концентрацию ионов аммония в аналитической пробе и затем пересчитать их содержание по предложенной формуле.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность фотометрического метода анализа, основной закон светопоглощения – закон Бугера-Ламберта-Бера;
- условия проведения и основные параметры в фотометрических измерениях;
- приборное обеспечение для фотометрического анализа и его оснащение;
- спектральный диапазон, используемый в фотометрических измерениях;
- погрешности фотометрических определений.

Знать:

- сущность способности аммиака и ионов аммония образовывать с щелочным раствором иодида ртути (I) окрашенные в желтый цвет соединения;

- методику подготовки стандартных растворов для построения градуировочного графика;
- методику подготовки анализируемой пробы к анализу;
- алгоритм подготовки фотоэлектроколориметра и кювет к работе;
- алгоритм проведения фотометрических измерений, подготовленных к анализу градуировочных растворов и анализируемых проб;
- расчетные формулы для определения содержания определяемого компонента.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения фотометрического анализа;
- готовить стандартные растворы для построения градуировочного графика, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов;
- готовить рабочие растворы из фиксаналов или иным способом;
- готовить пробы анализируемых растворов для фотометрирования;
- проводить настройку фотоколориметра и проводить согласование кювет;
- строить градуировочный график по полученным данным на миллиметровой бумаге или с помощью ПО MS Excel;
- определять концентрацию анализируемого компонента по градуировочному графику;
- выполнять расчеты по полученным результатам, учитывать погрешности анализа и рассчитывать точность результатов анализа.

Владеть:

- техникой приготовления стандартных растворов для построения градуировочного графика;
- техникой пробоподготовки анализируемого раствора;
- техникой подготовки фотометра к работе;
- техникой проведения фотометрирования подготовленных растворов;
- программным обеспечением MS Excel;
- методиками обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами и сильными окислителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемой аппаратурой;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения фотометрического анализа.

Лабораторная работа № 3

Определение меди в виде аммиаката

Цель работы: методом фотоэлектроколориметрии определить содержание меди (II) в анализируемом растворе аммиаката.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить фотоэлектроколориметр к работе в соответствии с инструкцией к прибору; провести согласование кювет по дистиллированной воде; подготовить аналитическую пробу раствора меди; подготовить 6 растворов в мерных колбах с рабочим стандартным раствором в заданном количестве; провести выбор рабочей длины волны из представленного интервала длин волн; провести фотометрирование градуировочных растворов и аналитических проб по рабочей длине волны и данные занести в таблицу; построить калибровочный график в координатах оптическая плотность (A) – содержание ионов меди (C, мкг); найти по калибровочному графику концентрацию ионов меди в аналитической пробе и затем пересчитать ее содержание по предложенной формуле.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность фотометрического метода анализа, основной закон светопоглощения – закон Бугера-Ламберта-Бера;
- условия проведения и основные параметры в фотометрических измерениях;

- приборное обеспечение для фотометрического анализа и его оснащение;
- спектральный диапазон, используемый в фотометрических измерениях;
- погрешности фотометрических определений.

Знать:

- сущность способности ионов меди образовывать комплексные соединения с аммиаком, обладающих интенсивной сине-фиолетовой окраской;
- методику подготовки стандартных растворов для построения градуировочного графика;
- методику подготовки анализируемой пробы к анализу;
- алгоритм подготовки фотоэлектроколориметра и кювет к работе;
- алгоритм проведения фотометрических измерений, подготовленных к анализу градуировочных растворов и анализируемых проб;
- расчетные формулы для определения содержания определяемого компонента.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения фотометрического анализа;
- готовить стандартные растворы для построения градуировочного графика, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов;
- готовить рабочие растворы из фиксаналов или иным способом;
- готовить пробы анализируемых растворов для фотометрирования;
- проводить настройку фотоколориметра и проводить согласование кювет;
- строить градуировочный график по полученным данным на миллиметровой бумаге или с помощью ПО MS Excel;
- определять концентрацию анализируемого компонента по градуировочному графику;
- выполнять расчеты по полученным результатам, учитывать погрешности анализа и рассчитывать точность результатов анализа.

Владеть:

- техникой приготовления стандартных растворов для построения градуи-

ровочного графика;

- техникой пробоподготовки анализируемого раствора;
- техникой подготовки фотометра к работе;
- техникой проведения фотометрирования подготовленных растворов;
- программным обеспечением MS Excel;
- методиками обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами и сильными окислителями;
- назвать основные положения при работе с 25-процентным аммиаком;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемой аппаратурой;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения фотометрического анализа.

Контрольная лабораторная работа № 1 (4)

Контрольная лабораторная работа (КЛР) предназначена для закрепления полученных навыков проведения фотометрического анализа. КЛР выполняется либо по предложенной преподавателем методике, либо по методике нормативного документа (ГОСТа). Задание выдается преподавателем не позже, чем за две недели до выполнения КЛР. В задании указывается объект исследования и ссылка на нормативный документ (если анализ проводится по методике нормативного документа), либо он выдается в твердой копии, а также дается ссылка на нормативный документ, где есть нормативные показатели (СанПиН, ТУ, ОТУ) по определяемым показателям.

КЛР проводится в аудиторные часы по расписанию. После проведения анализа в аналитической лаборатории необходимо оформить отчет. Отчет оформляется на листах А4. Пример оформления отчета приведен ниже.

Отчет по контрольной лабораторной работе должен включать следующие структурные части:

1. Тема (по названию испытания в ГОСТе либо в другом нормативном документе, либо соответствующая методика).
2. Цель проводимого исследования.
3. Перечень реактивов, материалов и оборудования из нормативного документа.
4. Сущность метода.
5. Характеристика исследуемого образца.
6. Органолептические испытания (являющиеся субъективными): цвет, запах, консистенция, вкус.
7. Физико-химические испытания (описание процедуры испытания) с приведенными, где необходимо, расчетами. С указанием числа параллельных испытаний (повторностей), расчета расхождений между испытаниями (сходимость результатов).
8. Выводы с обоснованием полученных результатов.

Пример оформления одного из испытаний
КОНТРОЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение содержания железа (III) с сульфосалициловой кислотой
в питьевой или технологической воде

Цель работы – Закрепить навыки проведения фотоэлектроколориметрического анализа и определить содержание железа с сульфосалициловой кислотой в питьевой воде, сравнить полученное значение с требованием нормативного документа.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить фотоэлектроколориметр к работе в соответствии с инструкцией к прибору; провести согласование кювет по дистиллированной воде;

приготовить рабочий стандартный раствор железо-аммонийных квасцов $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$; приготовить рабочий раствор готовят в колбе разбавлением основного раствора с содержанием в 1 мл раствора содержит 0,005 мг железа; приготовить 2 М раствор хлористого аммония заданного объёма; приготовить раствор аммиака (1:1); подготовить аналитическую пробу исследуемой воды; подготовить 7 растворов в мерных колбах с рабочим стандартным раствором в заданном количестве; провести выбор рабочей длины волны из представленного интервала длин волн; провести фотометрирование градуировочных растворов и аналитических проб по рабочей длине волны и данные занести в таблицу; построить градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа, а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности, данные обработать методом линейной регрессии с построением линии тренда с использованием ПО MS Excel; определить относительное расхождение между двумя параллельными определениями, т.е. рассчитать сходимост результатов анализа; также рассчитать предел точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$); завершить обработку результатов анализа расчетом среднего арифметического результата с требуемым округлением.

Сравнить полученные данные с нормативными требованиями по содержанию железа в питьевой воде и сделать вывод о соответствии или несоответствии полученного значения.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность фотометрического метода анализа, основной закон светопоглощения – закон Бугера-Ламберта-Бера;
- условия проведения и основные параметры в фотометрических измерениях;
- приборное обеспечение для фотометрического анализа и его оснащение;
- спектральный диапазон, используемый в фотометрических измерениях;
- сходимост, предел точности и погрешности фотометрических определений.

Знать:

- сущность взаимодействия ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения, интенсивность окраски которого пропорциональна массовой концентрации железа;
- методику подготовки стандартных растворов для построения градуировочного графика;
- методику подготовки анализируемой пробы к анализу;
- алгоритм подготовки фотоэлектроколориметра и кювет к работе;
- алгоритм проведения фотометрических измерений, подготовленных к анализу градуировочных растворов и анализируемых проб;
- расчетные формулы для определения содержания определяемого компонента.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения фотометрического анализа;
- готовить стандартные растворы для построения градуировочного графика, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов;
- готовить рабочие растворы из фиксаналов или иным способом;
- готовить дополнительные растворы для проведения анализа;
- готовить пробы анализируемых растворов для фотометрирования;
- проводить настройку фотоколориметра и проводить согласование кювет;
- строить градуировочный график по полученным данным на миллиметровой бумаге или с помощью ПО MS Excel;
- определять концентрацию анализируемого компонента по градуировочному графику;
- выполнять расчеты по полученным результатам, учитывать погрешности анализа и рассчитывать точность результатов анализа.

Владеть:

- техникой приготовления стандартных растворов для построения градуи-

ровочного графика;

- техникой пробоподготовки анализируемого раствора;
- техникой подготовки фотометра к работе;
- техникой проведения фотометрирования подготовленных растворов;
- программным обеспечением MS Excel;
- методиками обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами и сильными окислителями;
- назвать основные положения при работе с 25-процентным аммиаком;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемой другой аппаратурой;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения фотометрического анализа.

1.2. Оптические методы анализа

Оптические методы анализа основаны на различных эффектах, возникающих при взаимодействии при взаимодействии светового потока с анализируемым веществом или его раствором. К оптическим методам относят нефелометрию, турбидиметрию, рефрактометрию и поляриметрию.

1.2.1 Турбидиметрический метод анализа

Турбидиметрический (также и нефелометрический) метод анализа применяют для количественных определений в гетерогенных дисперсных системах, т.е. для анализа суспензий, эмульсий, различных взвесей и других мутных сред. Интенсивность пучка света, прошедшего через такую среду, уменьшается за счет рассеивания и других процессов взаимодействия света со взвешенными частицами. *Турбидиметрическим методом анализа называется метод, основанный*

на измерении интенсивности ослабленного светового потока, прошедшего через суспензию или эмульсию (I_t).

Для турбидиметрических анализов, как правило используют колориметры, фотоэлектроколориметры.

Лабораторная работа № 5

Определение сульфатов в водном растворе или минеральной воде

Цель работы: изучить турбидиметрический метод анализа на примере определения сульфат-ионов в растворе или минеральной воде.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить фотоэлектроколориметр к работе в соответствии с инструкцией к прибору; провести согласование кювет по дистиллированной воде; приготовить растворы хлорида бария, желатина, раствор электролита, сульфата натрия заданных концентрация; приготовить исходный раствор сульфата натрия и из него стандартный (рабочий) разбавлением; подготовить стандартные растворы (5) для построения градуировочного графика; соблюдать последовательность введения компонентов в раствор; подготовить анализируемую пробу питьевой или минеральной воды к анализу; провести выбор рабочей длины волны из представленного интервала длин волн; провести фотометрирование градуировочных растворов и аналитических проб по рабочей длине волны и данные занести в таблицу; построить калибровочный график в координатах оптическая плотность (A) – содержание сульфат-ионов (C , мкг); найти по калибровочному графику концентрацию сульфат-ионов в аналитической пробе и затем пересчитать ее содержание по предложенной формуле.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность фотометрического метода анализа, основной закон светопоглощения – закон Бугера-Ламберта-Бера;
- условия проведения и основные параметры в фотометрических измерениях, в частности турбидиметрии;
- приборное обеспечение для турбидиметрического анализа и его оснаще-

ние;

- спектральный диапазон, используемый в фотометрических измерениях;
- погрешности фотометрических определений.

Знать:

- сущность анализа, которая основана на переведении сульфатов в малорастворимое соединение и фотометрировании полученной взвеси;
- методику подготовки стандартных растворов для построения градуировочного графика;
- методику подготовки анализируемой пробы к анализу;
- алгоритм подготовки фотоэлектроколориметра и кювет к работе;
- алгоритм проведения фотометрических измерений, подготовленных к анализу градуировочных растворов и анализируемых проб;
- расчетные формулы для определения содержания определяемого компонента.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения фотометрического анализа;
- готовить стандартные растворы для построения градуировочного графика, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов;
- готовить рабочие растворы из фиксаналов или иным способом;
- готовить пробы анализируемых растворов для фотометрирования;
- проводить настройку фотоколориметра и проводить согласование кювет;
- строить градуировочный график по полученным данным на миллиметровой бумаге или с помощью ПО MS Excel;
- определять концентрацию анализируемого компонента по градуировочному графику;
- выполнять расчеты по полученным результатам, учитывать погрешности анализа и рассчитывать точность результатов анализа.

Владеть:

- техникой приготовления стандартных растворов для построения градуи-

ровочного графика;

- техникой пробоподготовки анализируемого раствора;
- техникой подготовки фотометра к работе;
- техникой проведения фотометрирования подготовленных растворов;
- программным обеспечением MS Excel;
- методиками обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами и сильными окислителями;
- назвать основные положения при работе с 25-процентным аммиаком;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемой аппаратурой;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения фотометрического анализа.

1.2.2 Рефрактометрический анализ

Исследование преломления света при прохождении луча через границу раздела прозрачных однородных сред – называется **рефрактометрией**.

Отношение синуса угла падения к синусу угла преломления называется **показателем преломления**: $n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$. Практически показатель преломления вещества относительно воздуха можно считать равным его абсолютному показателю. Относительный показатель преломления для двух сред $n_{отн.} = n_2 / n_1$, где n_1 – показатель преломления первой среды по отношению к воздуху; n_2 – показатель преломления второй среды по отношению к воздуху. Это соотношение позволяет вычислить относительные показатели преломления для различных комбинаций сред.

Показатель преломления n является характерной величиной для каждого индивидуального вещества и зависит от длины волны падающего света, температуры, давления и концентрации раствора.

Определение показателя преломления жидких и твердых тел проводится с помощью специальных приборов – рефрактометров.

Лабораторная работа № 6

Рефрактометрическое определение показателя преломления

Цель работы: освоить методику определения показателя преломления и концентрации на рефрактометре-сахариметре; установить зависимость показателя преломления от концентрации раствора и от плотности.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить рефрактометр к работе настроив его по дистиллированной воды с учетом температуры при проведении измерений; провести измерение показателей преломления и содержания сахара (в %) ряда растворов сахарозы (глюкозы или иного сахара); построить графическую зависимость координатах: концентрация раствора (С, %) – показатель преломления (n); провести определение коэффициента преломления органических растворителей и установить его зависимости от плотности веществ (показать графически); при необходимости отклонения температуры при измерениях от стандартной воспользоваться формулой пересчета показателя преломления с учетом поправки на температуру.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность рефрактометрического анализа и процесса рефракции, закон преломления Снеллиуса;
- абсолютный и относительный показатели преломления;
- факторы, влияющие на значение показателя преломления;
- приборное обеспечение рефрактометрического анализа, модели рефрактометров;
- алгоритм проведения подготовки рефрактометра к работе и снятие значений показателя преломления исследуемых растворов и их концентраций в экспериментальной работе.

Знать:

- сущность рефрактометрического анализа, которая основана на измерении показателей преломления с учетом температуры во время измерений;
- алгоритм измерения процентного содержания сахара на рефрактометре;
- зависимость показателя преломления от концентрации, от температуры, от плотности, от длины волны;
- расчетную формулу показателя преломления с учетом поправки на температуру, если она отличается от стандартной.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование и материалы, реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения рефрактометрического анализа;
- готовить пробы анализируемых растворов для рефрактометрии;
- проводить настройку рефрактометра к проведению анализа;
- определять концентрацию анализируемого компонента (сахара) на рефрактометре-сахариметре;
- строить графические зависимости показателя преломления от концентрации и плотности исследуемого раствора.

Владеть:

- техникой проведения рефрактометрических измерений;
- техникой подготовки рефрактометра к работе;
- техникой пробоподготовки анализируемых растворов или индивидуальных веществ (например, растворителей) к рефрактометрическому анализу;
- методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;

- перечислить основные требования при работе с электроприборами (при необходимости) и используемой аппаратурой;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

Лабораторная работа № 7

Определение концентрации этилового спирта в водном растворе

Цель работы: освоить правила работы на рефрактометре-сахариметре и методику определения этилового спирта в растворе с использованием градуировочного графика.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить рефрактометр к работе настроив его по дистиллированной воды с учетом температуры при проведении измерений; подготовить бюретку для подготовки серии стандартных растворов спирта заданных объемных (%) концентраций; измерить показатели преломления серии стандартных растворов; построить графическую зависимость в координатах: показатель преломления – содержание спирта в % (объемн.); измерьте показатель преломления контрольного раствора и по калибровочному графику определите его концентрацию; при отклонении температуры при измерениях от стандартной воспользоваться формулой пересчета показателя преломления с учетом поправки на температуру; проведите учет процентной ошибки после полученного результата.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность рефрактометрического анализа и процесса рефракции, закон преломления Снеллиуса;
- абсолютный и относительный показатели преломления;
- факторы, влияющие на значение показателя преломления;
- приборное обеспечение рефрактометрического анализа, модели рефрактометров;
- алгоритм проведения подготовки рефрактометра к работе и снятие значений показателя преломления исследуемых растворов и их концентраций в экспериментальной работе.

Знать:

➤ сущность определения, которое основано на зависимости показателя преломления водно-спиртового раствора от концентрации спирта при прочих равных условиях.

➤ сущность рефрактометрического анализа, которая основана на измерении показателей преломления с учетом температуры во время измерений;

➤ зависимость показателя преломления от концентрации;

➤ объемная процентная концентрация и методика ее расчета;

➤ алгоритм построения графической зависимости показателя преломления от объемной % концентрации;

➤ расчетную формулу показателя преломления с учетом поправки на температуру, если она отличается от стандартной.

Уметь:

➤ отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование, материалы и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения рефрактометрического анализа;

➤ готовить пробы анализируемых растворов для рефрактометрии;

➤ проводить настройку рефрактометра к проведению анализа;

➤ готовить стандартные растворы спирта заданной объемной концентрации;

➤ строить графические зависимости показателя преломления от объемной концентрации спирта и определять по графику концентрацию исследуемого раствора.

Владеть:

➤ техникой проведения рефрактометрических измерений;

➤ техникой подготовки рефрактометра к работе;

➤ техникой пробоподготовки анализируемых растворов или индивидуальных веществ (например, спиртов) к рефрактометрическому анализу;

➤ техникой построения калибровочных графиков в координатах

➤ методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами (при необходимости) и используемой аппаратурой;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

Лабораторная работа № 8 (контрольная работа).

Определение фактора показателя преломления раствора хлорида кальция рефрактометрическим методом

Цель работы – Закрепить полученные умения и навыки рефрактометрических измерений. Определить фактор показателя преломления лекарственного препарата – раствора хлорида кальция.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование, к проведению анализа; подготовить рефрактометр к работе и настроить в соответствии с инструкцией к прибору; подготовить серию исследуемых растворов хлорида кальция заданных процентных концентраций заданной массы; измерить температуру окружающей среды и если измерения проводятся при температуре отличной от температуры 20 °С, произвести пересчет показаний на 20 °С; провести определение для всех исследуемых растворов не менее двух раз, до получения сходимости четвертого знака после запятой; рассчитать фактор показателя преломления для каждой концентрации по формуле до пятого знака после запятой; рассчитать фактор показателя преломления соединения как среднее арифметическое факторов для каждой концентрации и сверить полученные значения для предлагаемого интервала значений фактора показателя преломления; сформулируйте вывод по полученным результатам анализа.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность рефрактометрического анализа и процесса рефракции, закон

преломления Снеллиуса;

- абсолютный и относительный показатели преломления;
- факторы, влияющие на значение показателя преломления;
- приборное обеспечение рефрактометрического анализа, назначение осветительной и рефрактометрической призм, модели рефрактометров;
- алгоритм проведения подготовки рефрактометра к работе и снятие значений показателя преломления исследуемых растворов;
- фактор показателя преломления, его физический смысл и расчетное уравнение.

Знать:

- сущность метода основана на рефрактометрическом анализе растворов с различными массовыми долями веществ;
- влияние температуры на рефрактометрические измерения и ее учет с помощью перерасчета показателя преломления по соответствующему уравнению;
- зависимость показателя преломления от концентрации;
- физический смысл фактора показателя преломления и его расчетную формулу

Уметь:

- отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование, материалы и реактивы для приготовления растворов заданных концентраций определенной массы, предлагаемых методикой для проведения рефрактометрического анализа;
- готовить пробы анализируемых растворов для рефрактометрии;
- проводить настройку рефрактометра к проведению анализа согласно инструкции;
- проводить измерения на рефрактометре по заданному алгоритму;
- обрабатывать результаты анализа с учетом влияния температуры, делать перерасчеты.

Владеть:

- техникой проведения рефрактометрических измерений;
- техникой подготовки рефрактометра к работе согласно инструкции

- техникой пробоподготовки анализируемых растворов или индивидуальных веществ к рефрактометрическому анализу;
- методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами (при необходимости) и используемой аппаратурой;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

II. Электрохимические методы анализа

Электрохимические методы анализа основаны на использовании зависимости электрических параметров от концентрации и структуры вещества, участвующего в электродной реакции или в электрохимическом переносе зарядов между электродами.

При выполнении анализа используют либо функциональную зависимость тока, потенциала, электрической проводимости (сопротивления) от концентрации анализируемого раствора, либо измеряют эти параметры с целью установления конечной точки титрования определяемого вещества подходящим титрантом (рабочим раствором).

2.1. Потенциометрический анализ (потенциометрия)

Потенциометрические методы основаны на измерении электродвижущих сил гальванических элементов (ЭДС): $ЭДС = E_1 - E_2$, где E_1 и E_2 – потенциалы окислителя и восстановителя.

В основе потенциометрических измерений лежит зависимость равновесного потенциала электрода от активности (концентрации) определяемого иона.

Потенциал электрода (E) связан с активной концентрацией веществ, участвующих в электродном процессе, уравнением Нернста.

Потенциометрические методы анализа подразделяются на прямую потенциометрию (ионометрию) и потенциометрическое титрование.

Лабораторная работа № 9

Определение водородного показателя и степени гидролиза солей потенциометрическим методом.

Цель работы – приобрести навыки работы на потенциометре (рН-метре), освоить методику определения водородного показателя потенциометрическим методом и рассчитать степень гидролиза растворов солей.

Задание: подготовить посуду, оборудование и реактивы к проведению измерений; подготовить потенциометр – рН-метр к работе и провести настройку прибора по двум буферным растворам согласно инструкции к прибору; подготовить электроды – стеклянный (индикаторный) и каломельный (сравнения) или универсальный к работе; подготовить две серии растворов солей заданных концентраций, гидролизующихся по катиону и по аниону; провести измерения значений рН каждого раствора не менее двух раз до схождения результата до $\pm 0,1$ ед. рН и занести в таблицу; провести расчеты по определению степени гидролиза солей по предложенным формулам с учетом полученных значений рН и справочных данных; построить графические зависимости степени гидролиза от концентрации; сформулировать корректный вывод по результатам анализа.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность электрохимических процессов, протекающих на электродах или в межэлектродном пространстве;
- электрохимическая ячейка, ее принципиальная схема и сущность функционирования;
- прямые и косвенные электрохимические методы анализа;
- зависимость электродного потенциала от температуры и концентрации электролита, выраженной уравнением Нернста;

- назначение индикаторных электродов и электродов сравнения;
- универсальные электроды и их особенность;
- приборное обеспечение потенциометрических методов анализа;
- правила и принципы подготовки к работе и настройки потенциометра (рН-метра) к проведению измерений.

Знать:

- сущность электрохимических методов анализа, которая основана на использовании зависимости электрических параметров от концентрации и структуры вещества, участвующего в электродной реакции или в электрохимическом переносе зарядов между электродами;
- зависимость потенциала от температуры и концентрации электролита;
- принцип работы потенциометра (электрохимической ячейки), правила подготовки его к работе и принципы настройки;
- назначение индикаторных электродов и электродов сравнения;
- электроды, применяемые в потенциометрии (рН-метрии);
- связь рН растворов солей со степенью гидролиза.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование и материалы, реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа;
- готовить пробы анализируемых растворов для электрохимических измерений;
- проводить подготовку к работе и настройку потенциометра (рН-метра) к проведению измерений;
- проводить измерения в исследуемых растворах и снимать показания значений рН;
- проводить расчеты по определению значений степени гидролиза через полученные значения рН;
- строить графические зависимости степени гидролиза от концентрации;

Владеть:

- техникой подготовки к работе и настройки потенциометра (рН-метра);
- техникой проведения потенциометрических измерений;
- техникой пробоподготовки анализируемых растворов электролитов к потенциометрическому анализу;
- методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории
для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемым аппаратным обеспечением;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

Лабораторная работа № 10

Определение хлороводородной и борной кислот в их смеси методом потенциометрического титрования.

Цель работы – закрепить навыки работы на потенциометре (рН-метре), освоить методику потенциометрического титрования и определить содержание двух кислот в их смеси.

Задание: подготовить посуду, оборудование и реактивы к проведению измерений; подготовить потенциометр – рН-метр к работе и провести настройку прибора по двум буферным растворам согласно инструкции к прибору; подготовить электроды – стеклянный (индикаторный) и каломельный (сравнения) или универсальный к работе; подготовить установку для потенциометрического титрования; провести измерения значений рН при титровании исследуемого раствора смеси кислот после каждого добавления определенного объема титранта и занести в таблицу; титрование проводить до скачка титрования соляной кислоты, а затем борной; построить две кривые зависимости: одну в координатах рН –

V_{NaOH} , другую $\Delta\text{pH}/\Delta V - V_{\text{NaOH}}$; найти по графикам объемы раствора NaOH (мл), израсходованного на титрование кислот HCl и H_3BO_3 ; рассчитать содержание HCl и H_3BO_3 в анализируемой пробе раствора; сформулировать корректный вывод по результатам анализа.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность электрохимических процессов, протекающих на электродах или в межэлектродном пространстве;
- электрохимическая ячейка, ее принципиальная схема и сущность функционирования;
- прямые и косвенные электрохимические методы анализа;
- зависимость электродного потенциала от температуры и концентрации электролита, выраженной уравнением Нернста;
- назначение индикаторных электродов и электродов сравнения;
- универсальные электроды и их особенность;
- приборное обеспечение потенциметрических методов анализа;
- правила и принципы подготовки к работе и настройки потенциометра (рН-метра) к проведению измерений;
- связь значений рН растворов солей со степенью гидролиза.

Знать:

- сущность электрохимических методов анализа, которая основана на использовании зависимости электрических параметров от концентрации и структуры вещества, участвующего в электродной реакции или в электрохимическом переносе зарядов между электродами;
- сущность потенциметрического титрования;
- зависимость потенциала от температуры и концентрации электролита;
- принцип работы потенциометра (электрохимической ячейки), правила подготовки его к работе и принципы настройки;
- назначение индикаторных электродов и электродов сравнения;
- электроды, применяемые в потенциметрии (рН-метрии);
- особенности титрования смеси кислот в том числе борной кислоты.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование и материалы, реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа;
- готовить пробы анализируемых растворов для электрохимических измерений;
- проводить подготовку к работе и настройку потенциометра (рН-метра) к проведению измерений;
- готовить установку для потенциометрического титрования;
- проводить измерения в исследуемых растворах при потенциометрическом титровании и снимать показания значений рН;
- устанавливать точку эквивалентности при определенном значении рН (скачке титрования);
- строить графические зависимости рН от V титранта и $\Delta pH/\Delta V$ от V титранта;
- производить расчеты концентраций исследуемых растворов из данных полученных графических зависимостей.

Владеть:

- техникой подготовки к работе и настройки потенциометра (рН-метра);
- техникой проведения потенциометрических измерений, в том числе при потенциометрическом титровании;
- техникой пробоподготовки анализируемых растворов смеси электролитов к потенциометрическому анализу (потенциометрическому титрованию);
- методикой построения графической зависимости полученных значений рН при измерениях от объема добавленного титранта;
- методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;

- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемым аппаратным обеспечением;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

Лабораторная работа № 11 (контрольная)

Определение титруемой кислотности сока

потенциометрическим методом

Цель работы – закрепить навыки работы на потенциометре (рН–метре), освоенную методику потенциометрического титрования и определить титруемую кислотность анализируемого сока.

Задание: подготовить посуду, оборудование и реактивы к проведению измерений; подготовить потенциометр – рН-метр к работе и провести настройку прибора по двум буферным растворам согласно инструкции к прибору; подготовить электроды – стеклянный (индикаторный) и каломельный (сравнения) или универсальный к работе; подготовить установку для потенциометрического титрования; приготовить титрант приблизительной концентрации; провести потенциометрическое титрование установочного раствора титрантом для установления его титра; рассчитать коэффициент поправки к концентрации титранта; подготовить исследуемую пробу сока методом разведения и фильтрования; провести потенциометрическое титрование исследуемой пробы сока в двух повторностях; обработать результаты анализа, рассчитав титруемую кислотность в расчете на преобладающую кислоту в процентах для двух повторностей; определить относительное расхождение между двух повторностей и рассчитать их среднее арифметическое значение; результат измерения представить в виде $\bar{x} \pm \Delta$, %, где $\pm \Delta = 0,01 \cdot 3 \cdot \bar{x}$, при доверительной вероятности $P = 0,95$, \bar{x} – среднее арифметическое значение двух параллельных определений, %; полученный результат сравнить с нормативными требованиями по исследуемому виду сока и сформулировать корректный вывод по результатам анализа.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность электрохимических процессов, протекающих на электродах или в межэлектродном пространстве;
- электрохимическая ячейка, ее принципиальная схема и сущность функционирования;
- прямые и косвенные электрохимические методы анализа;
- зависимость электродного потенциала от температуры и концентрации электролита, выраженной уравнением Нернста;
- назначение индикаторных электродов и электродов сравнения;
- универсальные электроды и их особенность;
- приборное обеспечение потенциометрических методов анализа;
- правила и принципы подготовки к работе и настройки потенциометра (рН-метра) к проведению измерений;
- принципы потенциометрического титрования;
- принципы установления титра рабочего раствора;
- учет расхождения значений результатов параллельных проб и определение точности анализа.

Знать:

- сущность метода, которая основана на потенциометрическом титровании исследуемого раствора до определенного значения рН раствором титранта;
- сущность потенциометрического титрования;
- зависимость потенциала от температуры и концентрации электролита;
- принцип работы потенциометра (электрохимической ячейки), правила подготовки его к работе и принципы настройки;
- назначение индикаторных электродов и электродов сравнения;
- электроды, применяемые в потенциометрии (рН-метрии);
- принцип подготовки анализируемых проб сока к потенциометрическому анализу;
- методику установления титра рабочего раствора;

➤ учета расхождений между параллельными пробами и точность результатов анализа.

Уметь:

➤ отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование и материалы, реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа;

➤ готовить пробы анализируемых растворов для электрохимических измерений;

➤ проводить подготовку к работе и настройку потенциометра (рН-метра) к проведению измерений;

➤ готовить установку для потенциометрического титрования;

➤ проводить измерения в исследуемых растворах при потенциометрическом титровании и снимать показания значений рН;

➤ устанавливать точку эквивалентности при определенном значении рН (скачке титрования);

➤ устанавливать титр рабочего раствора в том числе проводить его расчет по данным титрования;

➤ проводить обработку результатов анализа при определении титруемой кислотности исследуемого сока с учетом расхождений и погрешности при определении полученных результатов анализа.

Владеть:

➤ техникой подготовки к работе и настройки потенциометра (рН-метра);

➤ техникой проведения потенциометрических измерений, в том числе при потенциометрическом титровании;

➤ техникой пробоподготовки анализируемого сока к потенциометрическому анализу (потенциометрическому титрованию);

➤ техникой потенциометрического титрования и установления точки эквивалентности по скачку потенциала, выраженного через значение рН;

➤ методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемым аппаратным обеспечением;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

2.2 Кондуктометрический анализ (кондуктометрия)

Кондуктометрический метод анализа основан на изучении зависимости между электрической проводимостью раствора и концентрацией ионов в этом растворе. Электрическая проводимость – электропроводность раствора электролита – является результатом диссоциации растворённого вещества и миграции ионов под действием внешнего источника напряжения.

Электропроводность раствора определяется, в основном, числом, скоростью (*подвижностью*) мигрирующих ионов, количеством переносимых ими зарядов и зависит от температуры и природы растворителя.

Электропроводность раствора (или его сопротивление) измеряют в электрохимической (кондуктометрической) ячейке, представляющей собой стеклянный сосуд, смонтированными электродами (для большей площади электродов их платинируют, то есть покрывают платиновой чернью).

Лабораторная работа № 12

Кондуктометрическое титрование сильной кислоты, слабой кислоты, смеси сильной и слабой кислот сильной щёлочью

Цель работы: изучить принципы работы на лабораторном кондуктометре, освоить прием кондуктометрического титрования и определить концентрацию сильной и слабой кислот.

Задание: подготовить посуду, оборудование и реактивы к проведению измерений; подготовить кондуктометр к работе и провести настройку прибора согласно инструкции к прибору; подготовить кондуктометрический электрод к работе; подготовить установку для кондуктометрического титрования; подготовить исследуемые растворы уксусной, соляной кислот и их смеси к кондуктометрическому титрованию; провести измерения значений удельной электропроводности при последовательном титровании сначала сильной, затем слабой кислоты, затем смеси кислот после каждого добавления определенного объема титранта – сильной щёлочи, полученные значения занести в таблицу; титрование проводить до скачка титрования; построить три кривые кондуктометрического титрования в координатах удельная электропроводность – объем титранта; установить по кривым титрования точки эквивалентности и объемы раствора титранта (мл), израсходованного на титрование кислот и их смеси; зная концентрацию раствора титранта (щёлочи), определить концентрацию анализируемых растворов кислот; сформулировать корректный вывод по результатам анализа.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность кондуктометрических процессов, протекающих в кондуктометрической ячейке электрода;
- кондуктометрическая ячейка, ее принципиальная схема и сущность функционирования;
- прямые и косвенные кондуктометрические методы анализа;
- закон Ома, сопротивление раствора электролита, его электропроводность и удельная электропроводность;
- подвижность ионов, эквивалентная электропроводность;
- приборное обеспечение кондуктометрических методов анализа;
- правила и принципы подготовки к работе и настройка кондуктометра к проведению измерений;
- влияние температуры на электропроводность раствора.

Знать:

сущность кондуктометрического анализа, которая основана на том, что в процессе титрования один вид ионов в растворе заменяется другим, имеющим другую подвижность, а также на изучении зависимости между электрической проводимостью раствора и концентрацией ионов в этом растворе;

- зависимость сопротивления раствора от температуры и концентрации электролита;
- принцип работы кондуктометра (кондуктометрической ячейки), правила подготовки его к работе и принципы настройки;
- особенность в структуре электродов, применяемых в кондуктометрии;
- принципы кондуктометрического титрования, точка эквивалентности.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование и материалы, реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа;
- готовить пробы анализируемых растворов для кондуктометрических измерений;
- проводить подготовку к работе и настройку кондуктометра к проведению измерений;
- готовить установку для кондуктометрического титрования;
- проводить измерения в исследуемых растворах при кондуктометрическом титровании и снимать показания значений удельной электропроводности;
- устанавливать точку эквивалентности при определенном значении удельной электропроводности (скачке титрования);
- строить графические зависимости удельной электропроводности от объема титранта;
- производить расчеты концентраций исследуемых растворов из данных полученных графических зависимостей.

Владеть:

- техникой подготовки к работе и настройки кондуктометра;
- техникой проведения кондуктометрических измерений, в том числе при

кондуктометрическом титровании;

- техникой пробоподготовки анализируемых растворов, смесей электролитов к кондуктометрическому анализу (кондуктометрическому титрованию);
- методикой построения графической зависимости полученных значений удельной электропроводности при измерениях от объема добавленного титранта;
- методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории
для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемым аппаратным обеспечением;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

Лабораторная работа № 13

Определение содержания хлоридов и йодидов в смеси кондуктометрическим титрованием

Цель работы: закрепить навыки проведения кондуктометрических измерений (титрования) и определить концентрацию хлоридов и йодидов в совместном присутствии в растворе (в смеси).

Задание: подготовить посуду, оборудование и реактивы к проведению измерений; подготовить кондуктометр к работе и провести настройку прибора согласно инструкции к прибору; подготовить кондуктометрический электрод к работе; подготовить установку для кондуктометрического титрования; подготовить исследуемые смеси солей хлоридов и йодидов для кондуктометрического титрования сначала в нейтральной среде, а затем в аммиачной; провести изме-

рения значений удельной электропроводности при последовательном титровании после каждого добавления определенного объема титранта нитрата серебра, полученные значения занести в таблицу; титрование проводить до скачка титрования; построить две кривые кондуктометрического титрования в координатах удельная электропроводность – объем титранта (для нейтральной смеси и для аммиачной смеси); по излому на первой кривой находят объем раствора титранта, соответствующий конечной точке титрования суммы хлоридов и йодидов; на второй кривой титрования находят объем титранта, соответствующий конечной точке титрования йодидов; по разности полученных значений объемов находят объем соответствующий содержанию хлоридов; по формулам титриметрических расчетов находят содержание хлоридов и йодидов в анализируемых растворах.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность кондуктометрических процессов, протекающих в кондуктометрической ячейке электрода;
- кондуктометрическая ячейка, ее принципиальная схема и сущность функционирования;
- прямые и косвенные кондуктометрические методы анализа;
- закон Ома, сопротивление раствора электролита, его электропроводность и удельная электропроводность;
- подвижность ионов, эквивалентная электропроводность;
- приборное обеспечение кондуктометрических методов анализа;
- правила и принципы подготовки к работе и настройка кондуктометра к проведению измерений;
- виды кондуктометрического титрования;
- влияние температуры на электропроводность раствора.

Знать:

- сущность кондуктометрического анализа, которая основана на том, что в процессе титрования один вид ионов в растворе заменяется другим, имеющим другую подвижность, а также на изучении зависимости между электрической проводимостью раствора и концентрацией ионов в этом растворе;

➤ в осадительном кондуктометрическом титровании смеси хлоридов и йодидов раствором нитрата серебра в кислой и нейтральной средах происходит последовательное осаждение йодида серебра, а затем хлорида серебра, но за счет близких значений подвижности хлорид-ионов и йодид-ионов на кривой кондуктометрического титрования наблюдается только один излом, соответствующий суммарному содержанию галогенидов. Но в присутствии NH_4OH при титровании образуется менее растворимый осадок йодида серебра, что следует учитывать при определении их содержания;

➤ зависимость сопротивления раствора от температуры и концентрации электролита;

➤ принцип работы кондуктометра (кондуктометрической ячейки), правила подготовки его к работе и принципы настройки;

➤ особенность в структуре электродов, применяемых в кондуктометрии;

➤ принципы кондуктометрического титрования, точка эквивалентности.

Уметь:

➤ отбирать необходимую посуду, дополнительное оборудование и материалы, реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа;

➤ готовить пробы анализируемых растворов и смесей для кондуктометрических измерений;

➤ проводить подготовку к работе и настройку кондуктометра к проведению измерений;

➤ готовить установку для кондуктометрического титрования;

➤ проводить измерения в исследуемых растворах и смесях при кондуктометрическом титровании и снимать показания значений удельной электропроводности;

➤ строить графические зависимости удельной электропроводности от объема титранта;

➤ устанавливать точку эквивалентности при определенном значении удельной электропроводности (скачке титрования) на кривых титрования;

➤ производить расчеты концентраций исследуемых растворов из данных полученных графических зависимостей.

Владеть:

- техникой подготовки к работе и настройки кондуктометра;
- техникой проведения кондуктометрических измерений, в том числе при кондуктометрическом титровании;
- техникой пробоподготовки анализируемых растворов, смесей электролитов к кондуктометрическому анализу (кондуктометрическому титрованию);
- методикой построения графической зависимости полученных значений удельной электропроводности при измерениях от объема добавленного титранта;
- методикой обработки результатов анализа.

Вопросы по технике безопасности в аналитической лаборатории

для допуска к выполнению анализа:

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами, сильными окислителями, растворителями;
- перечислить основные требования при работе с электроприборами и используемым аппаратным обеспечением;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения рефрактометрического анализа.

РЕКОМЕНДУЕМЫЕ ЛИТЕРАТУРНЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Аналитическая химия: учебное пособие / А. И. Апарнев, Т. П. Александрова, А. А. Казакова, О. В. Карунина. – Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2015. – 92 с. – ISBN 978-5-7782-2710-1. Текст: электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS: [сайт]: <https://www.iprbookshop.ru/91705.html> – Режим доступа: для авториз. пользователей.
2. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб. рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1 / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 368 с.
3. Кудряшова А.А. Химические реакции в аналитической химии с примерами и задачами для самостоятельного решения [Электронный ресурс]: учебное пособие / Кудряшова А.А. – Электрон. текстовые данные. – Самара: РЕАВИЗ, 2011. – 75 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/10157>.
4. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие / О.Б. Кукина [и др.]. – Электрон. текстовые данные. – Воронеж: Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, ЭБС АСВ, 2014. – 162 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/30833>.
5. Аналитическая химия. Химический анализ: учебник для вузов / И. Г. Зенкевич, С. С. Ермаков, Л. А. Карцова [и др.]. – 2-е изд., стер. – Санкт-Петербург: Лань, 2022. – 444 с. – ISBN 978-5-8114-9169-8. – Текст: электронный // Лань: электронно-библиотечная система: <https://e.lanbook.com/book/187755>: Режим доступа: для авториз. пользователей.
6. Митрофанова, В.И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: Лаб. практикум. Ч. 3. Количественный анализ (гравиметрические и титриметрические методы) / В. И. Митрофанова; АмГУ, ИФФ. Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2018. – 218 с. – Режим доступа: http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/9480.pdf

7. Митрофанова, В. И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: Лаб. практикум для бакалавров направления подготовки 18.03.01 "Химическая технология". Ч. IV-2. Физико-химические методы анализа / В. И. Митрофанова; Амур. гос. ун-тет, Инженерно-физический факультет, Кафедра химии и химической технологии. Благовещенск: АмГУ, 2020. 88 с. – Режим доступа: http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/11580.pdf

8. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ: учебник для вузов / М. И. Булатов, А. А. Ганеев, А. И. Дробышев [и др.]. – 3-е изд., стер. – Санкт-Петербург: Лань, 2021. – 584 с. – ISBN 978-5-8114-8180-4. – Текст: электронный // Лань: электронно-библиотечная система: <https://e.lanbook.com/book/173102> – Режим доступа: для авториз. пользователей.

9. Юстратова, В.Ф. Аналитическая химия. Количественный химический анализ [Электронный ресурс]: учебное пособие / Юстратова В.Ф., Микилева Г.Н., Мочалова И.А. – Электрон. текстовые данные. – Кемерово: Кемеровский технологический институт пищевой промышленности, 2005. – 161 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/14352>.

10. Сизова, Л.С. Аналитическая химия. Титриметрический и гравиметрический методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие / Сизова Л.С., Гуськова В.П. – Электрон. текстовые данные. - Кемерово: Кемеровский технологический институт пищевой промышленности, 2006. – 132 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/14355>

11. Краткий справочник физико-химических величин некоторых неорганических и органических соединений [Электронный ресурс] / – Электрон. текстовые данные. – Самара: РЕАВИЗ, 2011. – 68 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/18405>

12. Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии [Текст] / Ю. Ю. Лурье. - 6-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1989. – 448 с. – Предм. указ.: с. 436-447.

13. Методические указания по выполнению лабораторных работ по про-

грамме аналитической химии [Текст] / Составитель Коряковская М.В. – Новокуйбышевск, ГАПОУ СО «ННХТ». – с. 45.

14. Алыкова, Т.В. Аналитическая химия объектов окружающей среды. Лабораторные работы. Вопросы. Задачи [Текст] / Т.В. Алыкова. – М.: Кнорус, 2016. – 196 с.

15. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: сборник лабораторных работ для студентов технических направлений дневной и заочной форм обучения / – Электрон. текстовые данные. – Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2014. – 62 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/45072>.

16. Попова, Л.Ф. Аналитическая химия с основами физико-химического анализа. Лабораторный практикум. Учебно-методическое пособие. [Электронный ресурс] / Попова Л.Ф. – Архангельск, 2014. – 114 с.

17. Коваленко, И.А., Супиченко, Г.Н. Аналитическая химия. Лабораторный практикум. [Электронный ресурс] / Супиченко Г.Н. – Минск: БГТУ, 2005. – 90 с.

18. Алемасова, А.С., Енальева, Л.Я. Лекции по аналитической химии. Уч. пособие. [Электронный ресурс] / Алемасова А.С., Енальева Л.Я. – Донецк: ДонНУ, 2007. – 284 с.

19. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: сборник лабораторных работ для студентов технических направлений дневной и заочной форм обучения / – Электрон. текстовые данные. – Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2014. – 62 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/45072>.

20. Егорова, О.А. Основы качественного и количественного анализа [Электронный ресурс]: конспект лекций / Егорова О.А. – Электрон. текстовые данные. – М.: Российский университет дружбы народов, 2013. – 144 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/22231>.

21. Соколовский, А. Е. Аналитическая химия. Лабораторный практикум: учеб.-метод. пособие по дисциплинам «Аналитическая химия» и «Аналитическая

химия и физико-химические методы анализа» для студентов химико-технологических специальностей / А. Е. Соколовский [и др.]. – Минск: БГТУ, 2012. – с. 106.

Валентина Ивановна Митрофанова,

Доцент кафедры химии и химической технологии АмГУ, канд. хим. наук

Аналитическая химия. Методические указания для лабораторных работ (часть 3)

Учебно-методическое пособие

Изд-во АмГУ. / Подписано к печати

Формат 60X84/16. Усл. печ. л. 3,95, уч.-изд.л. ____ . Тираж ____ . Заказ