

**Министерство науки и высшего образования РФ**

**Амурский государственный университет**

**Инженерно-физический факультет**

**В.И. Митрофанова**

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.  
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

*Учебное пособие  
IV-2 часть – физико-химические  
методы анализа*



Благовещенск

Издательство АмГУ, 2020

*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. Лабораторный практикум (физико-химические методы анализа). Часть IV-2.** Учебное пособие. / Благовещенск: Амурский гос. ун-т, 2020. – с.

Данное пособие предназначено для бакалавров направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология» направленности образовательной программы «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов», изучающих дисциплину «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа».

Учебное пособие, состоящее из четырех частей, представляет собой содержательное руководство к лабораторным занятиям, сочетающее краткую теоретическую часть и методическое описание лабораторных работ.

Четвертая часть–2 учебного пособия является заключительной по количественному анализу, включающая разделы спектральных, оптических и электрохимических методов анализа. Экспериментальная часть включает 13 лабораторных работ, выполнение которых позволит студентам закрепить теоретические знания по количественной идентификации химических веществ и приобрести практические навыки и умения в работе с реактивами, оборудованием, приборами, освоить методики проведения анализов природных и промышленных объектов.

Для закрепления полученных знаний и навыков студентами ко всем разделам пособия предлагаются контрольные вопросы.

**В авторской редакции.**

© Амурский государственный университет, 2020

## СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие.....	5
Введение.....	7
<b>Раздел I. Спектральные и оптические методы анализа.....</b>	<b>9</b>
<b>Глава 1.1 Фотометрический анализ.....</b>	<b>14</b>
<i>Лабораторная работа № 1. Определение нитритов с реактивом Грисса.....</i>	<i>18</i>
<i>Лабораторная работа № 2. Определение аммиака и ионов аммония         с реактивом Несслера.....</i>	<i>20</i>
<i>Лабораторная работа № 3. Определение меди в виде аммиаката.....</i>	<i>21</i>
<i>Лабораторная работа № 4 (контрольная). Определение содержания         железа (III) с сульфосалициловой кислотой в питьевой         или технологической воде.....</i>	<i>23</i>
<b>Глава 1.2 Оптические методы анализа.....</b>	<b>27</b>
1.2.1 Турбидиметрический метод анализа.....	27
<i>Лабораторная работа № 5. Определение сульфатов в водном растворе         или минеральной воде .....</i>	<i>31</i>
1.2.2 Рефрактометрический анализ.....	34
<i>Лабораторная работа № 6. Рефрактометрическое определение         показателя преломления.....</i>	<i>37</i>
<i>Лабораторная работа № 7. Определение концентрации этилового         спирта в водном растворе.....</i>	<i>40</i>
<i>Лабораторная работа № 8 (контрольная работа). Определение         фактора показателя преломления раствора хлорида         кальция рефрактометрическим методом.....</i>	<i>42</i>
<b>Раздел II. Электрохимические методы анализа.....</b>	<b>46</b>
<b>Глава 2.1 Потенциометрический анализ (потенциометрия).....</b>	<b>49</b>
<i>Лабораторная работа № 9. Определение водородного показателя         и степени гидролиза солей потенциометрическим         методом.....</i>	<i>52</i>
<i>Лабораторная работа № 10. Определение хлороводородой и борной</i>	

кислот в их смеси методом потенциометрического титрования.....	54
<i>Лабораторная работа № 11 (контрольная). Определение титруемой кислотности сока потенциометрическим методом.....</i>	<i>56</i>
<b>Глава 2.2. Кондуктометрия.....</b>	<b>60</b>
<i>Лабораторная работа № 12. Кондуктометрическое титрование сильной кислоты, слабой кислоты, смеси сильной и слабой кислот сильной щелочью.....</i>	<i>64</i>
<i>Лабораторная работа № 13. Определение содержания хлоридов и иодидов в смеси кондуктометрическим титрованием.....</i>	<i>67</i>
Библиографический список.....	70
Приложение 1. Правила техники безопасности при работе в физико-химической лаборатории.....	73
Приложение 2. Инструкция подготовки фотометра ФК-3-01к работе и порядок работы.....	76
Приложение 3. Таблица длин волн видимой части спектра и соответствующие им цвета растворов и светофильтров.....	77
Приложение 4. Физико-химические константы некоторых органических веществ.....	78
Приложение 5. Показатели преломления водных растворов сахарозы.....	79
Приложение 6. Показатели преломления водных растворов.....	80
Приложение 7. Инструкция подготовки прибора типа ОР 01-211/2 к работе для измерения рН и порядок работы.....	81
Приложение 8. Инструкция подготовки прибора типа АНИОН 4100 к работе для измерения рН и порядок работы.....	83
Приложение 9. Значения рН (рОН) показателей и концентрации ионов водорода и гидроксид-ионов.....	85
Приложение 10. Инструкция подготовки прибора типа АНИОН 4100 для кондуктометрических измерений.....	86

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Учебное пособие «Аналитическая химия. Лабораторный практикум» (Часть IV-2) подготовлено в соответствии с программой по одноименному курсу и предназначено для студентов направления подготовки 18.03.01 – Химическая технология, где дисциплина «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» является предметом базовой части образовательной программы, одной из важных задач которой является формирование у будущих специалистов объективного и целостного естественнонаучного мировоззрения.

Целью освоения дисциплины «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» является формирование у будущих бакалавров – химических технологов знаний основ современных методов физического, химического и физико-химического анализа, в приобретении навыков и умений определения качественного и количественного состава анализируемых объектов и интерпретации полученных результатов.

Современные методы анализа невозможны и без использования различных приборов и аппаратов, отвечающих духу времени, без компьютерного обеспечения и информационных методов в химическом анализе.

Требования к результатам освоения образовательной программы бакалавриата, реализуемые в рамках дисциплины «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа», заключаются в формировании следующих **общепрофессиональных (ОПК) и профессиональных компетенций (ПК)**:

- способностью и готовностью использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности (ОПК-1);
- способностью проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа (ПК-10);
- способностью планировать и проводить физические и химические эксперименты, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения,

применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования (ПК-16).

В результате освоения лабораторного практикума студент должен продемонстрировать следующие результаты образования:

**Знать:** основные теоретические положения, лежащие в основе химических (титриметрических, гравиметрических) и физико-химических методов идентификации и определения веществ; природу и сущность явлений, процессов в различных химических системах, лежащих в основе химических и физико-химических методов анализа; основные этапы качественного и количественного анализа; теоретические основы и принципы химических и физико-химических методов анализа – электрохимических, спектральных, хроматографических; методы разделения и концентрирования веществ; основные положения учета погрешностей на всех стадиях выполнения анализа и расчета результатов анализа с учетом метрологических характеристик; методы метрологической обработки результатов анализа; основные положения, лежащие в основе выбора метода анализа и схемы анализа.

**Уметь:** выполнять качественный и количественный анализ химическими и физико-химическими методами на основе измерения величины аналитического сигнала; провести качественный и количественный анализ органического соединения с использованием химических и физико-химических методов анализа; выполнять анализ некоторых промышленных и природных объектов на основе самостоятельного выбора схемы анализа и методики его проведения; выбрать метод анализа для заданной аналитической задачи и провести статистическую обработку результатов аналитических определений; оформлять результаты анализа с учетом метрологических характеристик; планировать и проводить химический и физико-химический эксперимент.

**Владеть:** навыками приготовления растворов заданной концентрации различными способами (по точной навеске, из стандарт-титра, разбавлением); 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; способами интерпретации результатов исследования.

Пособие IV часть в свою очередь состоит из двух частей, первая часть (IV – 1) включает 7 лабораторных работ, а вторая часть (IV – 2) включает 13 работ по следующим разделам: I раздел – спектральные и оптические методы анализа (абсорбционная спектроскопия – фотоэлектроколориметрия; оптическая спектроскопия – турбидиметрия, рефрактометрический анализ), II раздел – электрохимические методы анализа (потенциометрия и потенциометрическое титрование; кондуктометрия и кондуктометрическое титрование).

Выполнение лабораторных работ будет способствовать формированию у студентов экспериментальных навыков работы с химическим оборудованием и приборами, посудой и реактивами, умений правильно проводить наблюдения за физико-химическими экспериментами и фиксацией аналитических сигналов, закреплению полученных теоретических знаний. Лабораторная работа – это, по сути, учебное научное исследование, выполнение которого в свою очередь позволит студентам одновременно овладевать и первичными научно-исследовательскими навыками, применяя их в дальнейшем при подготовке курсовых и других видов практических 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. Ведущему преподавателю предоставляется определенная свобода выбора экспериментальных работ и заданий, наиболее соответствующих направлению подготовки бакалавров-физиков и материальному обеспечению кафедры.

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 физико-химического анализа. Данное посо-

бие является начальной теоретической базой при подготовке к лабораторным работам. Контрольные вопросы, предлагаемые после глав или конкретных лабораторных работ, помогут проверить правильность усвоения материала и проведения того или иного эксперимента, а также для защиты лабораторных работ.

Пособие снабжено рисунками, таблицами, схемами. Необходимые справочные материалы, а также правила поведения и техники безопасности в лаборатории аналитической химии и физико-химических методов анализа приведены в приложениях.

Замечания и пожелания по содержанию пособия направлять на кафедру «Химии и химической технологии» АмГУ.



## ВВЕДЕНИЕ

Физико-химические и физические методы анализа интенсивно стали развиваться примерно со второй половины XX века, когда начался рост промышленного производства. Именно различные отрасли промышленности нуждались в новом оборудовании и технике, которые в свою очередь требовали и соответствующие новые, более чувствительные методы контроля и анализа. В ряде промышленных производств (атомная промышленность, ракетно- и самолетостроение, электроника, переработка сырья и т.д.) требовалась чувствительная аппаратура и современные высокой чистоты материалы, для контроля качества которых требовались методы анализа с очень низким пределом обнаружения. Классические гравиметрические и титриметрические методы уже не могли установить довольно малые содержания тех или иных определяемых компонентов. Именно физико-химические методы анализа смогли решить эту проблему.

Физико-химические методы анализа (ФХМА) отличает экспрессность, возможность проведения анализа на расстоянии, а также автоматизация процесса, исследование образцов без их разрушения и т.д.

ФХМА отличает от других методов анализа использование различной измерительной аппаратуры, поэтому эти методы также называют *инструментальными*. Большинство ФХМА являются условно точными, погрешность составляет около 2–3 %, а это конечно превышает погрешность классических методов анализа. Поэтому для устранения этой проблемы при выполнении анализов требуются стандартные образцы либо эталонные, градуировочные графики, что усложняет проведение анализа. Тем не менее, химические и физико-химические методы анализа взаимно дополняют друг друга, образуя оптимальные тандемы при решении многих аналитических проблем.

## **Требования к выполнению и оформлению лабораторных работ**

1. Перед выполнением работы, студент должен заранее ознакомиться с её описанием, оформить в рабочей тетради (журнале) следующие пункты лабораторной работы: дату выполнения и тему работы, цель, оборудование, реактивы.

2. Приступая к выполнению лабораторной работы, студент должен подготовить рабочее место: необходимую посуду и реактивы, оборудование, которые необходимо расположить так, чтобы было удобно ими пользоваться.

3. Рабочее место необходимо содержать в чистоте, так как любые загрязнения могут влиять на точность получаемых результатов анализа.

4. После завершения работы неиспользованные растворы, которые еще могут понадобиться, надо убрать в шкаф для реактивов, приборы выключить, зачехлить. Использованные реактивы слить в специальные сливные емкости, посуду поместить на специальные подносы и сдать лаборанту.

5. После получения результатов лабораторных испытаний их необходимо проанализировать и занести в рабочую тетрадь (журнал). Полученные результаты, как правило, сводят в таблицы, содержащие не только исходные и справочные данные, но и итоговые. Если необходимо оформить градуировочный график, его оформляют на миллиметровой бумаге с точным обозначением величин на осях координат, также приводят единицы измерения (возможно оформление графиков в компьютерной программе XL). График должен содержать заголовок и номер, а затем клеивается в рабочей тетради.

6. Не стоит приводить подробное описание хода работы, стоит ограничиться логически и последовательно выстроенными этапами работы. Перед оформлением хода работы необходимо указать марку прибора, на котором проводились измерения, условия опыта (температуру, длину волны и др.), также необходимо привести принципиальную схему прибора, обозначив все основные узлы. Первым этапом должно быть описание настройки прибора.

7. По окончании оформления работы необходимо сделать корректный вывод.

Спектральные методы анализа основаны на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом. Это взаимодействие сопровождается явлениями, из которых наиболее важны испускание, поглощение и рассеяние излучения. Возникающие сигналы несут качественную и количественную информацию о веществе. Качественную информацию несет частота сигнала (интенсивное свойство), связанная с природой вещества, количественную – интенсивность сигнала (экстенсивное свойство), зависящая от его количества.

В зависимости от используемого диапазона электромагнитного излучения и соответствующего ему физического процесса, спектральные методы анализа классифицируют на следующие виды:

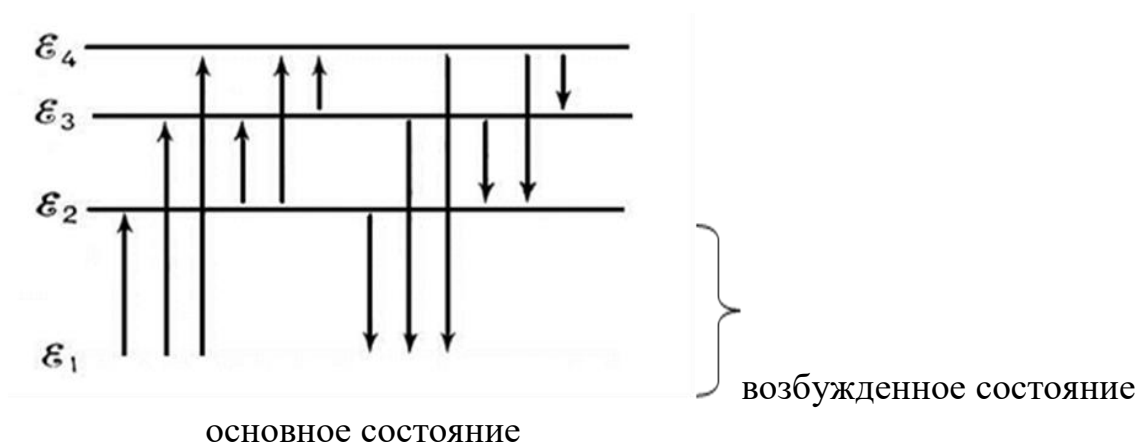
- ✓ Радиочастотная спектроскопия (ЯМР, ЭПР – изменение спинов ядер и электронов) –  $\lambda = 10^1 - 10^{-1}$  м.
- ✓ Микроволновая спектроскопия (изменение вращательных состояний) –  $\lambda = 10^{-1} - 10^{-3}$  м.
- ✓ Оптическая спектроскопия (изменение состояний валентных электронов): ультрафиолетовая –  $\lambda = 400 - 200$  нм, видимая –  $\lambda = 750 - 400$  нм.
- ✓ Инфракрасная спектроскопия (ИК, КР – изменение колебательных состояний) –  $\lambda = 10^{-3} - 10^{-6}$  м.
- ✓ Рентгеновская спектроскопия (изменение состояний внутренних электронов) –  $\lambda = 10^{-8} - 10^{-10}$  м.
- ✓ Спектроскопия гамма-излучения (ядерные реакции) –  
 $\lambda = 10^{-10} - 10^{-13}$  м.

***Совокупность всех частот (длин волн) электромагнитного излучения называют электромагнитным спектром.***

Поток фотонов с одинаковой частотой называют монохроматическим излучением, с разными частотами – полихроматическим.

Непосредственное отношение к спектроскопическим методам анализа имеет строение атомов и молекул.

Энергетическое состояние каждого электрона в атоме описывается набором четырех квантовых чисел: главного, побочного, магнитного и спинового. При изменении хотя бы одного квантового числа электрон, а, следовательно, и атом, получает или отдает энергию. Такое явление может произойти при взаимодействии атома с электромагнитным полем, при непосредственном обмене энергией с другими атомами или молекулами, например, при столкновениях или при химических реакциях. В отсутствии внешних воздействий атом находится в основном состоянии, т.е. обладает наименьшей энергией. При получении энергии извне атом переходит в возбужденное состояние. Атом не может получить или отдать любое количество энергии. Энергетический обмен осуществляется только конечными порциями, квантами электромагнитной энергии. Таким образом, атом может находиться только в определенных энергетических состояниях, отличающихся друг от друга на определенную величину (рис. 1).



**Рисунок 1** – Энергетические переходы в атоме

(где,  $\epsilon_1$  – энергетический уровень основного состояния;  $\epsilon_2$ ,  $\epsilon_3$ ,  $\epsilon_4$  – энергетические уровни возбужденного состояния)

Один атом за один акт поглощает или испускает только один фотон с определенной энергией (частотой). Вещество состоит из множества одинаковых атомов, способных переходить на разные энергетические уровни, испуская или поглощая фотоны разных частот. Совокупность всех фотонов одной и той же частоты составляет *спектральную линию*. Совокупность всех спектральных линий, принадлежащих данной частице, составляет ее *спектр*. Если спектр обусловлен энергетическим переходом из состояния с меньшей энергией в состояние с большей энергией, то спектр называется спектром поглощения (абсорбционным), а при переходе из состояния с большей энергией в состояние с меньшей энергией – спектром испускания. Спектры, испускаемые термически возбужденными частицами, называются *эмиссионными*. Спектры испускания нетермически возбужденных частиц (квантами света, электронами) называются спектрами люминесценции. Последние разделяют на спектры флуоресценции и фосфоресценции. Быстрое спонтанное испускание фотонов возбужденной частицей (без изменения спина электронов) называется *флуоресценцией*, а замедленное (с изменением спина электронов) – *фосфоресценцией*.

Спектр поглощения получают, помещая исследуемое вещество в поле электромагнитного излучения (например, на пути светового потока), а для получения спектра испускания предварительно переводят атомы в возбужденное состояние, которое достигается за счет подведения какого-либо вида энергии (тепловой, химической, электрического разряда, электромагнитной и др.). После возбуждения атомы возвращаются (через  $10^{-9} - 10^{-7}$  с) в основное состояние, испуская фотоны либо теплоту (в последнем случае переход будет безизлучательным).

Частота испускаемого или поглощаемого излучения определяется разностью энергии между электронными состояниями  $\Delta E$ :  $\nu = \Delta E / h$ .

Наиболее вероятны переходы электрона с первого возбужденного уровня ( $E_2$ ) на основной ( $E_1$ ). Соответствующие им спектральные линии

называют резонансными. Электрон может перейти и в более высокое энергетическое состояние ( $\epsilon_3$ ,  $\epsilon_4$  и т.д.).

Методы анализа, основанные на изменениях энергетического состояния атомов веществ, входят в группу **атомно-спектроскопических методов**, различающихся по способу получения и регистрации сигнала.

✓ Оптические методы основаны на использовании энергетических переходов внешних (валентных) электронов. Общим для них является необходимость предварительной атомизации (разложение на атомы) вещества. К ним относят атомно-эмиссионную, атомно-флуоресцентную и атомно-абсорбционную спектроскопию.

✓ Рентгеновские методы основаны на энергетических переходах внутренних электронов атомов. В зависимости от способа получения и регистрации сигнала различают рентгеноэмиссионную, рентгеноабсорбционную и рентгенофлуоресцентную спектроскопию. Разновидности этих методов – оже-спектроскопию, рентгеновский электронно-зондовый анализ, электронную спектроскопию – используют в основном для исследования строения веществ. Рентгеновские методы не требуют атомизации вещества и позволяют исследовать твёрдые пробы без предварительной подготовки.

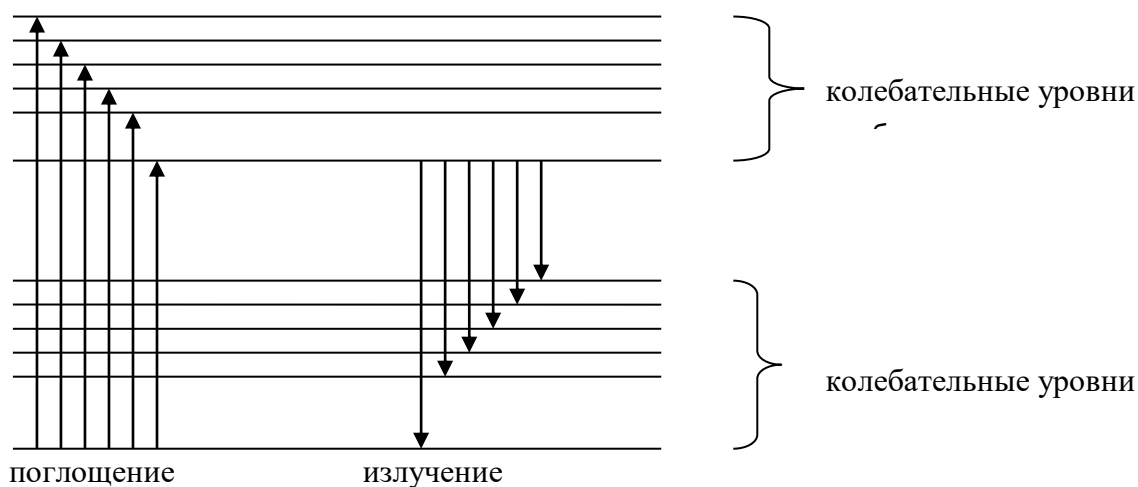
✓ Ядерные методы основаны на возбуждении ядер атомов.

**Молекулярно-спектроскопические методы анализа** основаны на регистрации энергетических состояний молекулы, которые сложнее, чем у атома. Кроме движения электронов в атомах происходят и колебательные движения самих атомов, и вращение молекулы как целого. Поэтому в любом стационарном состоянии энергия молекулы складывается из электронной, колебательной и вращательной энергий:  $E = E_{эл} + E_{кол} + E_{вр}$

Наибольший вклад в полную энергию вносит энергия электронов, наименьший – энергия вращения молекулы:  $E_{эл} > E_{кол} > E_{вр}$ .

Переходы между энергетическими уровнями с изменением главного квантового числа являются электронными, между колебательными уровнями – колебательными (рис. 2), между вращательными – вращательными (соот-

ветственно спектры называются электронными, колебательными и вращательными).



**Рисунок 2** – Энергетические переходы в молекуле

Вращение молекул проявляется у веществ лишь в газообразном состоянии, в конденсированном состоянии (жидком и твердом) вращение затруднено.

По происхождению аналитического сигнала выделяют несколько молекулярно-спектроскопических методов: абсорбционную молекулярную, инфракрасную, люминесцентную, магнитную резонансную, фотоакустическую, рентгеновскую спектроскопию и некоторые другие.

Спектральные сигналы наблюдают и регистрируют (записывают, фотографируют, измеряют и т.д.) с помощью спектральных приборов.

Для аналитических целей наибольшее значение имеют спектроскопические методы, использующие оптический диапазон шкалы электромагнитных волн. Регистрация сигналов в ультрафиолетовой ( $\lambda = 100 - 400$  нм) и видимой ( $\lambda = 400 - 760$  нм) части спектра осуществляется фотометрическими методами, которые в зависимости от типа используемого прибора делятся на спектрофотометрический и фотоэлектроколориметрический.

## Глава 1.1 Фотометрический анализ

Фотометрический анализ основан на переведении определяемого компонента в окрашенное соединение и измерении оптической плотности, или светопоглощения, полученного раствора. 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 компенсировать, используя раствор сравнения. В простейшем случае им является чистый растворитель или раствор контрольного опыта (содержащий все компоненты, кроме определяемого).

Интенсивность окраски раствора находится в прямой зависимости от концентрации растворенного вещества и от толщины оптического слоя. Эта зависимость выражается основным законом светопоглощения – законом Бугера-Ламберта-Бера: *растворы одного и того же вещества при одинаковой концентрации этого вещества и толщине слоя раствора поглощают равное количество световой энергии.*

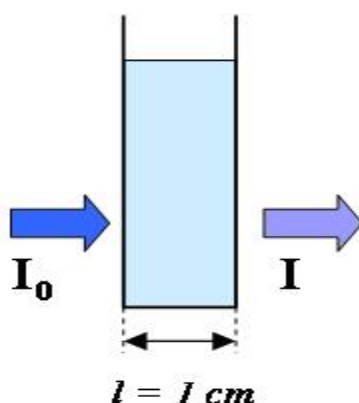
Интенсивность окраски раствора можно охарактеризовать как отношение интенсивности  $I_0$  падающего света к интенсивности  $I$  света, прошедшего через раствор. Уменьшение интенсивности света, прошедшего через раствор, характеризуется коэффициентом пропускания (или просто пропусканием):  $T = I / I_0$ . Взятый с обратным знаком десятичный логарифм пропускания называется оптической плотностью ( $A$ ):

$$-lgT = -lgI / I_0 = lg I_0 / I = A$$

Зависимость величины оптической плотности от концентрации раствора и толщины оптического слоя определяется математическим выражением закона Бугера-Ламберта-Бера:  $A = lgI_0 / I = \epsilon cl$ , где  $\epsilon$  – молярный коэффициент поглощения,  $c$  – молярная концентрация вещества,  $l$  – толщина слоя раствора,



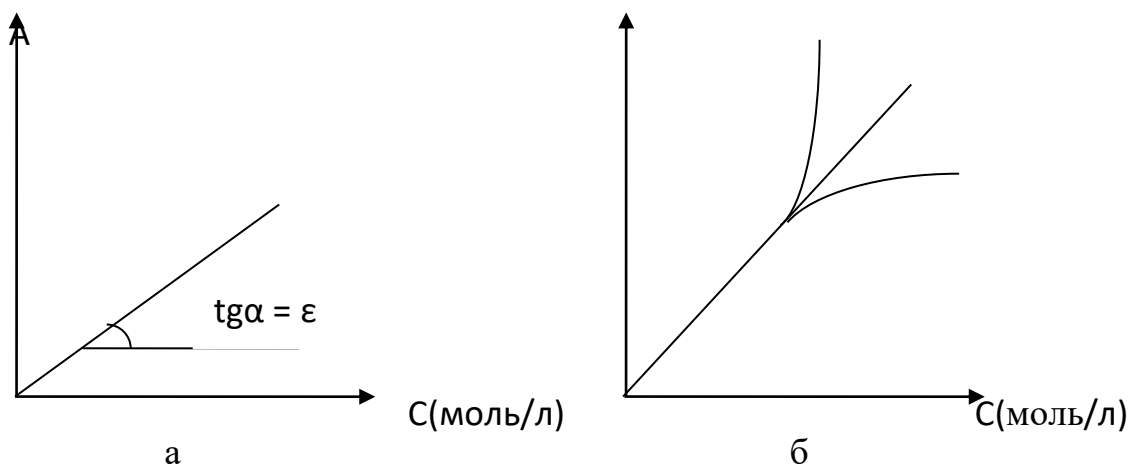
см (рис. 3). Молярный коэффициент поглощения равен оптической плотности раствора с концентрацией  $C = 1$  моль/л и толщиной оптического слоя  $l = 1$  см.



**Рисунок 3** – Прохождение света через окрашенный раствор:

$I_0$  – интенсивность падающего света;  
 $I_1$  – интенсивность прошедшего через раствор света;  
 $l$  – толщина светопоглощающего слоя.

Графически зависимость оптической плотности раствора от его концентрации выражается прямой, называемой градуировочным графиком (рис. 4):



**Рисунок 4** – а) градуировочный график; б) график отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера.

Очевидно, что молярный коэффициент поглощения  $\epsilon$ , при фиксированном значении  $l$  является тангенсом угла наклона этой прямой и, следовательно, характеристикой чувствительности метода (рис. 4 а).

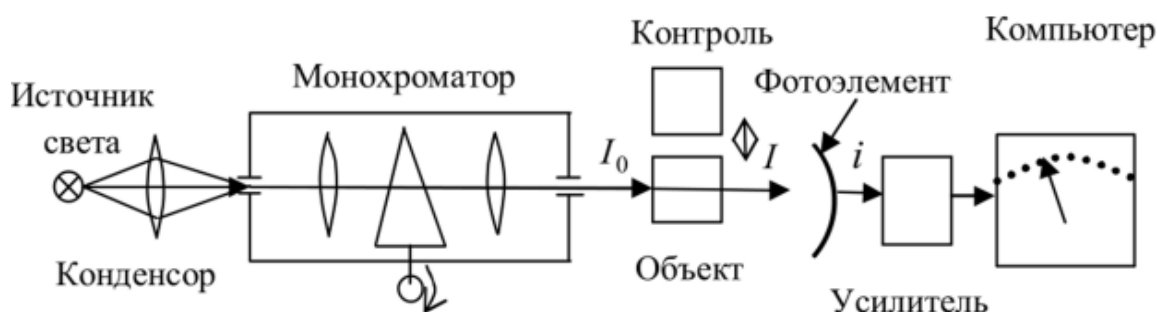
Закон Бугера-Ламберта-Бера справедлив только для разбавленных растворов. На результат определения также влияют температура, концентрация вещества, присутствие посторонних электролитов, среда раствора.

Прибор для измерения светопоглощения должен выполнять две основные задачи: 1) разложение полихроматического света и выделение нужного интервала длин волн; 2) измерение поглощения света веществом.

Измерение оптической плотности абсорбционными приборами основано на сравнении сигнала от исследуемого раствора и раствора сравнения, светопоглощение которого принимается за нуль.

В зависимости от способа измерения различают одно- и двухлучевые приборы, от способа монохроматизации – фотоэлектроколориметры и спектрофотометры, от способа регистрации – визуальные, регистрирующие и не регистрирующие.

**Фотоколориметры (ФЭК)** имеют простую конструкцию и пригодны для измерений в видимой и ближней (до 300 нм) УФ – области, оптические детали этих приборов изготовлены из стекла или просветленного стекла (рис. 5). Фотоэлектроколориметры используют чаще для проведения серийных определений концентраций веществ.



**Рисунок 5** – Принципиальная схема фотоэлектроколориметра

Современные модели фотоэлектроколориметров, как правило, с функцией диалога с оператором, предназначены для измерения не только пропускания и оптической плотности, но и для измерения скорости изменения оптической плотности, концентрации вещества в растворах после предварительной градуировки фотометра. В качестве монохроматизатора в таких при-

борах применяются дифракционные решетки, например, в КФК-3-01 с (функцией диалога с оператором), а также КФК-3 представленных на рис. 6, а, б соответственно.



*а – модель марки КФК-3-01*



*б – модель марки КФК-3*

**Рисунок 6** – Фотоэлектроколориметры лабораторные.

Колориметрические методы применяют для определения малых количеств веществ, при решении проблем технологического контроля, в санитарно-гигиеническом анализе, в диагностике заболеваний, в анализе воздуха,

воды, почвы, для определения содержания тяжелых металлов, фосфатов в продовольственных и непродовольственных товарах и во многих других областях.

*Выбор кюветы для анализа.* Предварительный выбор кювет проводится визуально, исходя из интенсивности окраски раствора. Если раствор интенсивно окрашен (темный), следует пользоваться кюветами с малой длиной оптического пути (1–5 мм). В случае слабоокрашенных растворов измерения проводят в кюветах с большой длиной оптического пути (20–50 мм).

## Лабораторная работа № 1

### Определение нитритов с реактивом Грисса

В основе метода лежит способность нитрит-ионов давать интенсивно окрашенные диазосоединения с первичными ароматическими аминами. При определении используется реакция с сульфаниловой кислотой и альфа-нафтиламином (реактив Грисса) с образованием розовой окраски, интенсивность которой пропорциональна содержанию нитритов в воде.

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

*Оборудование:* фотоэлектроколориметр любой марки; кюветы с длиной оптического слоя 2 см; мерные колбы на 50 мл и на 1 л; воронки стеклянные; пипетки; груши резиновые; шпатели; марлевые салфетки; стаканы химические на 100 и 200 мл; аналитические весы; стаканчики для взвешивания; плитка электрическая; водяная баня.

*Реактивы:* дистиллированная вода; реактив Грисса сухой препарат; стандартные растворы нитрита натрия: а) основной раствор – в мерной колбе вместимостью 1 л в дистиллированной воде растворяют 1,497 г высушенного при 105 °С нитрита натрия и доводят до метки. В 1 мл содержится 1 мг  $\text{NO}^2$ -. Раствор консервируют, прибавляя 1–2 мл хлороформа; б) рабочий раствор готовят разбавлением основного дистиллированной водой в мерной колбе

сначала в 100 раз, а затем полученный раствор еще в 10 раз. В 1 мл содержится 1 мкг  $\text{NO}^2$ . Применяют свежеприготовленным.

### ***Ход работы***

***Подготовка исследуемой пробы.*** В мерную колбу помещают 50 мл исследуемой воды, прибавляют 0,1 г сухого реактива Грисса и перемешивают. Окраска появляется через 40 мин (или через 10 мин при нагревании на водяной бане при 50–60 °С) и сохраняется неизменной в течение 3 часов. Через 40 минут растворы фотометрируют в кюветах с толщиной оптического слоя 2 см и с зеленым светофильтром ( $\lambda = 530$  нм, приложение 3) по отношению к дистиллированной воде с добавлением реактива Грисса. Содержание нитритов (мкг) находят по калибровочному графику.

Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение 2).

***Калибровочный график.*** В ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят рабочий стандартный раствор в количестве 0-1-2-5-10-15 мл, что соответствует содержанию 0-1-2-5-10-15 мкг  $\text{NO}^2$ . В колбы доливают дистиллированную воду до метки и прибавляют реактивы, как при анализе пробы исследуемого раствора, перемешивают и через 40 мин фотометрируют. Полученные данные заносят в таблицу подобную таблице в лабораторной работе № 4.

Строят калибровочный график в координатах оптическая плотность (А) – содержание нитритов (С, мг). Концентрацию нитритов (мг/л) рассчитывают по формуле:  $X = C / V$ , где С – содержание нитритов, найденное по калибровочному графику, мкг; V – объем пробы, взятой для анализа, мл.

***Методические указания:*** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе.

## Лабораторная работа № 2

### Определение аммиака и ионов аммония с реактивом Несслера

В основе метода лежит способность аммиака и ионов аммония образовывать с щелочным раствором иодида ртути (I) окрашенные в желтый цвет соединения.

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

**Оборудование:** фотоэлектроколориметр любой марки; кюветы с длиной оптического слоя 2 см; мерные колбы на 50, 100 мл и на 1 л; воронки стеклянные; пипетки; груши резиновые; шпатели; марлевые салфетки; стаканы химические на 100 и 200 мл; аналитические весы; стаканчики для взвешивания.

**Реактивы:** дистиллированная безаммиачная вода (получают фильтрованием воды через активированный уголь); реактив Несслера; 50 % раствор тартрата калия-натрия (в безаммиачной воде при нагревании растворяют 50 г  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , доводят объем до 100 мл, фильтруют, добавляют 6 мл реактива Несслера, используют после осветления раствора); стандартные растворы хлорида аммония: а) основной раствор – в мерной колбе вместимостью 1 л в дистиллированной воде растворяют 2,965 г высушенного при 105 °С хлорида аммония, доводят водой до метки и прибавляют 2 мл хлороформа. В 1 мл содержится 1 мг  $\text{NH}_4^+$ ; б) рабочий раствор готовят разбавлением 5 мл основного раствора в мерной колбе на 100 мл безаммиачной водой. В 1 мл содержится 0,05 мг  $\text{NH}_4^+$ . Применяют свежеприготовленным.

### Ход работы

**Подготовка исследуемой пробы.** В колбу помещают 50 мл исследуемой пробы, приливают 1 мл 50 % раствора тартрата калия-натрия и 1 мл реактива Несслера, перемешивают. Фотометрируют через 10 минут в кюветах с толщиной оптического слоя 2 см и с фиолетовым светофильтром ( $\lambda = 425$  нм, приложение 3) по отношению к безаммиачной воде, в которую добавлены

соответствующие реактивы. Окраска устойчива 1 час. Содержание ионов аммония (мг) находят по калибровочному графику.

**Калибровочный график.** В ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят рабочий стандартный раствор в количестве 0-0,2-0,5-1-1,5-2-3 мл, что соответствует содержанию 0-0,01-0,025-0,05-0,075-0,10-0,15 мг  $\text{NH}_4^+$ . В колбы доливают безаммиачную воду до метки и прибавляют реактивы, как при анализе пробы. Фотометрируют через 10 минут после добавления реактива Несслера. Полученные данные заносят в таблицу подобную таблице в лабораторной работе № 4.

Строят калибровочный график в координатах оптическая плотность (А) – содержание ионов  $\text{NH}_4^+$  (С, мг). Концентрацию ионов аммония (мг/л) рассчитывают по формуле:  $X = (C \cdot 1000) / V$ , где С – содержание ионов  $\text{NH}_4^+$ , найденное по калибровочному графику, мг; V – объем пробы, взятой для анализа, мл.

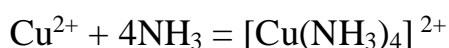
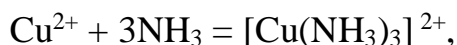
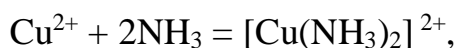
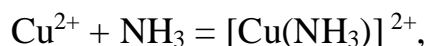
Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение 2).

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе.

### Лабораторная работа № 3

#### Определение меди в виде аммиаката

В основе метода лежит образование комплексного соединения ионов меди с аммиаком, обладающего интенсивной сине-фиолетовой окраской. Процесс взаимодействия ионов меди с аммиаком носит ступенчатый характер:



Так как устойчивость образующихся комплексов различается мало, то в растворе будет находиться смесь нескольких аммиакатов меди, количественное соотношение которых зависит от концентрации аммиака, присутствующего в растворе. Для аналитических целей необходимо выбрать такую концентрацию аммиака, при которой в растворе будет преобладать один из комплексов. Окраска аммиаката меди обусловлена  $d \rightarrow d^*$  переходами вследствие расщепления основного электронного состояния ионов меди в поле лигандов. Мольный коэффициент поглощения тетрааммиаката меди при  $\lambda = 640$  нм равен  $1 \cdot 10^2$ . Низкое значение коэффициента поглощения позволяет определять достаточно высокие концентрации ионов меди. Определению аммиаката меди мешают ионы металлов, образующие окрашенные аммиакаты, например, кобальт и никель, или трудно растворимые гидроксиды железа, свинца, алюминия. Для устранения мешающего действия элементов применяют маскирующие комплексообразователи.

**Оборудование:** фотоэлектроколориметр любого типа, кюветы с длиной оптического слоя 2 см, мерные колбы на 50, 100 мл и на 1 л, воронки стеклянные, пипетки, груши резиновые, шпатели, марлевые салфетки, стаканы химические на 100 и 200 мл, аналитические весы, стаканчики для взвешивания.

**Реактивы:** сульфат меди (х.ч.), 2 М раствор серной кислоты, 5 %-ный раствор аммиака, дистиллированная вода. Рабочий раствор соли меди (содержащий 1 мг меди в 1 мл) готовят растворением навески 3,931 г х.ч. кристаллогидрата  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в колбе на 1 л в 25 мл 2 М раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , затем доводят объем раствора до 1 л дистиллированной водой.

### ***Ход работы***

**Подготовка анализируемой пробы.** К анализируемому раствору, содержащему соль меди (II), приливают 10 мл 5 %-ного раствора аммиака и доводят объем раствора до 50 мл дистиллированной водой. Приготовленный раствор через 10 мин фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 2 см при красном светофильтре ( $\lambda = 640 - 670$  нм, приложение 3) относительно ди-



стиллированной воды либо раствора сравнения, содержащего все компоненты, кроме определяемого. Содержание меди определяют по калибровочному графику.

Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение 2).

**Калибровочный график.** В шесть мерных колб на 50 мл переносят 2,5-5,0-7,5-10-12,5-15 мл рабочего раствора меди, что соответствует 2,5-5,0-7,5-10-12,5-15 мг меди. Затем добавляют в каждую колбу по 10 мл 5 %-ного раствора аммиака и доводят объем каждого раствора до 50 мл дистиллированной водой. Через 10 мин приступают к измерениям. Фотометрируют с выбранным светофильтром относительно дистиллированной воды или раствора сравнения. Полученные данные заносят в таблицу подобную таблице в лабораторной работе № 4.

Строят калибровочный график в координатах оптическая плотность ( $A$ ) – содержание меди ( $C$ , мг). Концентрацию меди (мг/л) рассчитывают по формуле:  $X = C / V$ , где  $C$  – содержание меди, найденное по калибровочному графику, мкг;  $V$  – объем пробы, взятой для анализа, мл.

### **Лабораторная работа № 4 (контрольная)**

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

Метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски, пропорциональную массовой концентрации железа, измеряют при длине волны 400–430 нм. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,10–2,00 мг/дм<sup>3</sup>. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью  $P = 0,95$  находится в пределах 0,01–0,03 мг/дм<sup>3</sup>.

**Цель работы:** Освоить методику проведения фотоэлектроколориметрического анализа и определить содержание железа с сульфосалициловой

кислотой в питьевой воде, сравнить полученное значение с требованием нормативного документа.

**Оборудование:** фотоэлектроколориметр любой марки; кюветы с толщиной оптического слоя 2 см; весы аналитические 1.2 класса точности; мерные колбы на 50 мл и на 100 мл; воронки стеклянные; градуированные пипетки на 1.5 и 10 мл; пипетки Мора на 10 мл; дозаторы и груши резиновые; шпатели; марлевые салфетки и фильтровальная бумага; стаканы химические на 50, 100 и 250 мл; мерные цилиндры на 25 мл; салфетки марлевые.

**Реактивы:** стандартный рабочий раствор, содержащий 0,1 мг железа в 1 мл раствора; 20 % раствор сульфосалициловой кислоты; хлорид аммония кристаллический; аммиак водный 25 %; дистиллированная вода; анализируемый раствор.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации химически чистые (х.ч.) или чистые для анализа (ч.д.а).

Основной раствор – в мерной колбе вместимостью 500 мл в дистиллированной воде растворяют 0,4318 г железоаммонийных квасцов  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ . После растворения добавляют 3 мл хлороводородной кислоты пл. 1,19 г/см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой. В 1 мл такого раствора содержится 0,1 мг железа.

### ***Ход работы***

***Подготовка фотоэлектроколориметра к работе, согласование кювет.*** Данные виды работ проводят согласно инструкции (приложение 2).

#### ***Подготовка к анализу.***

*Приготовление рабочего стандартного раствора железо-аммонийных квасцов  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ .*

Рабочий раствор готовят в колбе на 100 мл разбавлением основного раствора в 20 раз. 1 мл раствора содержит 0,005 мг железа.

#### ***Приготовление 2 М раствора хлористого аммония***

5,35 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$  растворяют в мерной колбе вместимостью 50 мл в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят водой до метки.

### *Приготовление раствора аммиака (1:1).*

В химический стакан на 50 мл приливают 10 мл дистиллированной воды, добавляют 10 мл 25 % раствора аммиака и перемешивают.

### *Проведение анализа.*

В мерную колбу на 50 мл отмеряют 10 мл *исследуемого раствора*. Затем последовательно прибавляют 1 мл раствора хлорида аммония, 1 мл сульфосалициловой кислоты, 1 мл раствора аммиака (1:1), тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. После прибавления аммиака окраска растворов должна стать желтой. В противном случае приливают еще несколько капель раствора аммиака до появления желтой окраски.

Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой, оставляют стоять 5 мин для развития окраски. Измеряют оптическую плотность раствора, используя фиолетовый светофильтр ( $\lambda = 400\text{--}430$  нм) и кюветы с толщиной оптического слоя 2 см, по отношению к холостой пробе. Массовую концентрацию общего железа находят по градуировочному графику.

*Для построения градуировочного графика* в ряд мерных колб на 50 мл наливают 0,0; 1,0; 2,0; 5,0. 10,0; 15,0; 20,0 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует массовым концентрациям железа 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мг/л. В колбы приливают дистиллированной воды примерно до 25-30 мл, затем добавляют те же реагенты, что и к анализируемому раствору. Перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Фотометрируют аналогично анализируемому раствору.

Полученные результаты заносят в таблицу:

C (мг/л)	0,0	0,1	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0
A (оптическая плотность)							
$\tau$ (%), пропускание							

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа, а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности.

### **Обработка результатов.**

Массовую концентрацию железа ( $X$ ) в анализируемом растворе, мг/л с учетом разбавления вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot 50}{V}, \text{ где}$$

$c$  – концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/л;

$V$  – объем раствора, взятый для анализа, мл;

50 – объем, до которого разбавлена проба, мл.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 25 % при массовой концентрации железа на уровне предельно допустимой. Результат округляют до двух значащих цифр.

Результат измерения представить в виде:  $\bar{x} \pm \Delta$ , мг/л при доверительной вероятности  $P = 0,95$ , где  $\pm \Delta = 0,01 \cdot 0,25 \cdot \bar{x}$ .

Строят также график зависимости пропускания ( $T$ ) от концентрации по полученным данным.

Сравните полученные данные с нормативными требованиями по содержанию железа в питьевой воде (содержание железа по требованию Сан-ПиН 2.1.4.1074-01 не более 0,3 мг в литре). Сделайте вывод по данному сравнению.

**Методические указания:** после выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в *бланке отчета* согласно требованиям (стр. 8) и сделайте общий вывод по работе.

### **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?

## ***Глава 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.

При прохождении света через взвеси мельчайших твердых частиц в жидкости наблюдается боковое рассеивание света, благодаря чему свет, про-

ходящий через среду, имеет вид мутной полосы. Мутность ее объясняется рассеиванием светового луча вследствие различных причин и зависит от размеров взвешенных частиц. Если линейные размеры частиц больше длины волны падающего света, то рассеивание света обусловлено преломлением его на границе раздела частица-растворитель и отражением света частицами.

Если длина волны падающего света больше, чем линейные размеры частицы, то наблюдается дифракция световой волны, огибание ею частицы. Такое светорассеивание и является причиной эффекта Тиндаля (появление мутной полосы при прохождении света через гетерогенную дисперсную систему).

Чем больше число рассеивающих частиц, тем больше интенсивность рассеянного света; на этой зависимости основаны два родственных аналитических метода определения концентрации вещества: нефелометрия и турбидиметрия.

В данной работе рассмотрим турбидиметрический метод анализа.

***Турбидиметрическим методом анализа называется метод, основанный на измерении интенсивности ослабленного светового потока, прошедшего через суспензию или эмульсию ( $I_t$ ).***

Под *турбидиметрической взвесью* понимают суспензии малорастворимых веществ в сильно разбавленных растворах (100 мг на 1 литр и менее), которые отражают постоянное количество света в течение более или менее длительного промежутка времени, достаточного для измерения интенсивности света.

При турбидиметрических измерениях интенсивность прошедшего светового потока может быть определена по формуле:

$$\lg I_0/I_t = A = K \cdot (C \cdot l \cdot \alpha^3 / \alpha^4 \cdot d \cdot \lambda^4),$$

где  $A$  – рассеивающая способность (эта величина аналогична оптической плотности);

$I_0$  – интенсивность падающего на суспензию светового потока;

$I_t$  – интенсивность прошедшего через суспензию светового потока;

$l$  – толщина поглощающего слоя;

$d$  – средний диаметр частиц;

$\lambda$  – длина волны падающего света;

$K$  – коэффициент пропорциональности, зависящий от природы суспензии и метода измерения;

$\alpha$  – константа, зависящая только от метода измерения.

Данное уравнение справедливо только для очень разбавленных суспензий.

При аналитических определениях по методу турбидиметрии для данной серии анализов пользуются одним и тем же прибором, суспензии готовятся строго по определенной прописи, т.е. все измерения проводятся при определенных значениях  $K$ ,  $d$ ,  $\alpha$ ,  $\lambda$ .

Объединяя все постоянные в одну, получим более простую формулу:

$$A = k \cdot C \cdot l.$$

Часто в турбидиметрии оптическую плотность раствора называют «мутностью» или «кажущейся оптической плотностью».

Поглощение света твердыми частицами подчиняется основному закону светопоглощения Бугера-Ламберта-Бера:

$$A = \lg I_0/I_t = k \cdot C \cdot l,$$

где  $k$  – молярный коэффициент мутности раствора,  $\text{см}^{-1}$ ;

$l$  – толщина поглощающего слоя, см;

$C$  – концентрация раствора, моль/л.

Основной закон светопоглощения соблюдается при строго постоянных условиях приготовления суспензий.

Условия приготовления суспензий и взвесей:

- ✓ осадок должен быть практически нерастворимым, произведение растворимости должно быть как можно меньше;
- ✓ осадок должен находиться в виде взвеси;
- ✓ определенное значение рН для образования малорастворимого соединения (для этого применяют растворы электролитов или буферные растворы);

- ✓ формирование дисперсной системы происходит во времени, поэтому для полного образования осадка необходимо систему выдержать определенное время;
- ✓ должны соблюдаться строго определенные порядок смешивания растворов и соотношение между концентрациями;
- ✓ для поддержания стабильного взвешенного состояния твердых частиц применяют защитные коллоиды (желатин, крахмал, агар-агар), частицы при этом не осаждаются, не коагулируют, а находятся во взвешенном состоянии.

В этих условиях формируются частицы осадка одинаковой формы и объема, число частиц зависит только от концентрации вещества в растворе.

Для турбидиметрических анализов, как правило используют колориметры, фотоэлектроколориметры.

При турбидиметрических определениях используют калибровочные графики (градуировочные кривые). Для этого готовят ряд проб с известными концентрациями взвешенного вещества в исследуемой жидкости. Начиная измерения с пробы, имеющей наибольшую концентрацию». [13] Далее идет методика построения калибровочного графика и определения исследуемого раствора аналогична фотоколориметрическому анализу. В качестве контрольной пробы используют дистиллированную воду.

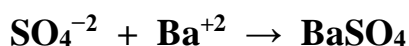
«Высокая чувствительность метода турбидиметрии позволяет определять микроколичества хлоридов, сульфатов, фосфатов, для которых отсутствуют фотометрические реакции.

К ограничениям метода относится невысокая точность (5–10 %), которая связана с трудностями приготовления суспензий, стабильных во времени и содержащих частицы одинаковых размеров, причем размеры молекул осадка должны быть меньше длины волны.



**Лабораторная работа № 5**  
**Определение сульфатов в водном растворе**  
**или минеральной воде**

Определение основано на переведении сульфатов в малорастворимое соединение и фотометрировании полученной взвеси. В основе определения лежит реакция осаждения сульфат-ионов ионами бария (II):



Для обеспечения избирательности определения сульфатов относительно карбонатов, фосфатов и оксалатов реакцию проводят в кислой среде.

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

**Оборудование:** фотоэлектроколориметр любой марки, кюветы с длиной оптического слоя 0,5–1 см, градуированные пипетки на 10 мл, мерные колбы на 50 мл; мерные цилиндры на 10 мл; воронки стеклянные, дозаторы и груши резиновые, марлевые салфетки, стаканы химические на 100 и 200 мл. в

**Реактивы:** раствор хлорида бария с массовой долей 10,0 %; раствор желатина с массовой долей 5,0 %; раствор электролита, приготовленный растворением 240 г NaCl и 20,5 см<sup>3</sup> HCl с плотностью  $\rho = 1,17 \text{ г/см}^3$  в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л; стандартные растворы сульфата натрия: а) исходный раствор готовят растворяя 0,4535 г десятиводного сульфата натрия – Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>•10H<sub>2</sub>O в мерной колбе вместимостью 1 л, в 1 см<sup>3</sup> такого раствора содержится 0,2000 мг сульфата натрия; б) стандартный (рабочий) раствор сульфата натрия готовят разбавлением исходного раствора в 10 раз, в 1 см<sup>3</sup> такого раствора содержится 0,0200 мг сульфата натрия.

**Ход работы**

**Приготовление стандартных растворов.** В мерные колбы на 50 см<sup>3</sup> помещают 1,00, 2,00, 4,00, 6,00 и 8,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора сульфата натрия, мерным цилиндром добавляют по 10 см<sup>3</sup> раствора электролита и дистиллированной воды до объема 20 см<sup>3</sup>. Затем в каждую колбу для стабилизации осадка вводят по 3 см<sup>3</sup> раствора желатина. Поочередно в каждую кол-

бу, начиная с раствора сульфата натрия минимальной концентрации, добавляют по 7,00 см<sup>3</sup> раствора хлорида бария, перемешивают, доводя до метки дистиллированной водой и снова перемешивают. Выдерживают раствор 5 мин для полного образования суспензии и фотометрируют полученную смесь.

*Необходимо соблюдать указанную последовательность введения растворов и скорость их смешивания. Каждый раствор не должен переставать более 5 мин, иначе может измениться структура осадка.*

Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение 2).

**Построение градуировочного графика.** Последовательно измеряют оптическую плотность полученных растворов относительно дистиллированной воды. Измерение проводят при синем светофильтре ( $\lambda = 440$  нм, приложение 3) и толщине поглощающего слоя 0,5 – 1 см. При выборе оптимальной толщины слоя пользуются критерием:  $0,1 \leq A \leq 0,8$ . Результаты измерений заносят в таблицу:

Концентрация Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> в растворе, мг/см <sup>3</sup>					
Оптическая плотность (A)					

По полученным данным строят градуировочный график  $A = f(C)$ .

**Определение сульфатов в растворе.** К пробе контрольного раствора добавляют растворы электролита, желатина и осадителя в такой же последовательности, как и при приготовлении стандартных растворов, доводят до метки дистиллированной водой и фотометрируют через 5 мин в тех же условиях.

**Расчет.** По градуировочному графику находят концентрацию SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> (C<sub>x</sub>, мг/см<sup>3</sup>) в растворе. Массу рассчитывают по формуле:

$$m = C_x \cdot V,$$

где V – вместимость колбы, см<sup>3</sup>.

Вычисляют относительную погрешность определения.

### ***Определение сульфатов в образце минеральной воды.***

Пробу анализируемой воды (объем 0,10...0,50 см<sup>3</sup>) помещают в мерную колбу на 50,0 см<sup>3</sup>. Объем воды выбирают таким, чтобы разбавление пробы соответствовало интервалу концентраций стандартных растворов (4•10<sup>4</sup>...3,2•10<sup>-3</sup> мг/см<sup>3</sup>). К пробе воды добавляют растворы электролита, желатина и осадителя в такой же последовательности и количествах, как и при приготовлении стандартных растворов, доводят до метки дистиллированной водой и через пять минут фотометрируют в тех же условиях.

**Расчет.** По градуировочному графику находят концентрацию SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> (C<sub>x</sub>) в анализируемой воде. Содержание SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> (C, мг/ см<sup>3</sup>) в минеральной воде рассчитывают по формуле:

$$C = (C_x \cdot V_k) / V_n,$$

где V<sub>n</sub> объем минеральной воды, взятой для анализа, см<sup>3</sup>;

V<sub>k</sub> - вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>.

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе. [13]

### **Вопросы для контроля знаний**

1. Приведите основной закон светорассеяния Рэлея и охарактеризуйте величины, входящие в это уравнение.
2. Как зависит интенсивность рассеянного света от:
  - а) длины волны падающего света;
  - б) размера частиц дисперсной фазы (рассеивающих частиц)?
3. Каковы условия приготовления суспензий?
4. Какой свет рассеивается в наибольшей степени твердыми частицами дисперсной фазы (красный, зеленый, синий, желтый)?
5. При турбидиметрическом определении сульфатов в водопроводной воде светопропускание (Т) суспензии сульфата бария составило 44 %. Вычислите оптическую плотность раствора.

### 1.2.2 Рефрактометрический анализ

Исследование преломления света при прохождении луча через границу раздела прозрачных однородных сред – называется **рефрактометрией**. Луч света, проходя из одной прозрачной среды в другую, падая наклонно к поверхности раздела фаз, меняет свое направление, т.е. преломляется. Свет обладает наибольшей скоростью в вакууме. При прохождении света через какую-либо среду, его скорость уменьшается вследствие взаимодействия с частицами вещества. Среда является оптически более плотной, если скорость распространения в ней меньше. При переходе луча из среды оптически менее плотной в среду оптически более плотную угол падения луча больше угла преломления.

Отношение синуса угла падения к синусу угла преломления называется **показателем преломления**:  $n = \sin\alpha / \sin\beta$ . Если свет переходит в данную среду из вакуума, то показатель преломления называется абсолютным ( $N$ ). Абсолютным показателем преломления для данного вещества называется отношение скоростей света в вакууме и в данной среде. Для воздуха абсолютный показатель преломления равен:  $N_B = C_{O(вак.)} / C_{B(возд.)} = 1,00027$ . 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.

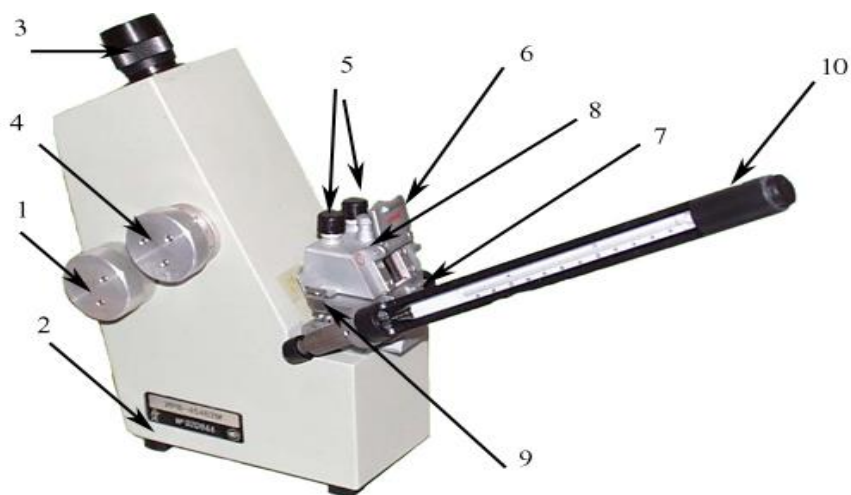
Показатель преломления  $n$  является характерной величиной для каждого индивидуального вещества и зависит от длины волны падающего света, температуры, давления и концентрации раствора.

Зависимость показателя преломления от длины волны падающего света называется дифракционной дисперсией. Мерой дисперсии считают разность показателей преломления при двух длинах волн. Цветные лучи, входящие в состав белого света, неодинаково преломляются призмой. Наименьшим от-

клонением от первоначального направления обладают красные лучи, а наибольшим – фиолетовые. Следовательно, с увеличением длины волны показатель преломления уменьшается. Табличные значения показателя преломления приведены для желтой линии в спектре натрия  $\lambda = 589$  нм (линия D).

Показатель преломления также связан с плотностью вещества, причем изменяются они симбатно, т.е. с ростом плотности происходит увеличение показателя преломления. Эта зависимость находит применение при испытаниях и контроле чистоты нефти и продуктов из нее – масел, бензина и др., испытаниях глицерина, жиров, воска и многих органических растворителей, ряда твердых прозрачных веществ, например органического стекла и других веществ.

Определение показателя преломления жидких и твердых тел проводится с помощью специальных приборов – рефрактометров. На рис. 7 представлен лабораторный рефрактометр-сахариметр марки ИРФ 454 Б2М.



**Рисунок 7** – Внешний вид рефрактометра ИРФ 454 Б2М

1 – маховик для измерения показателя преломления; 2 – заглушка, закрывающая регулировочный винт; 3 – окуляр; 4 – маховик с нониусом для измерения средней дисперсии; 5 – штуцеры для подключения преломляющей призмы к водяному термостату; 6 – зеркало для освещения преломляющей призмы; 7 – преломляющая призма; 8 – осветительная призма; 9 – защелка для закрепления осветительной и преломляющей призм; 10 – термометр; 11 – зеркало для освещения шкалы.

В устройстве рефрактометра предусмотрена мерная шкала, находящаяся в поле зрения окуляра, по которой определяют показатель преломления  $n$ .

Определение концентрации вещества с помощью рефрактометра основано на построении градуировочного графика по серии стандартных растворов. Если же шкала рефрактометра градуирована не только в значениях показателя преломления, но и в массовых процентах растворенного вещества (рефрактометры-сахариметры), то определение концентрации сахара осуществляется по шкале прибора без построения калибровочного графика.

На рис. 8, представлены модели современных лабораторных рефрактометров-сахариметров высокой точности измерений (погрешности порядка  $\pm 0,0001$ ) со множеством дополнительных функций: с встроенными внешними или внутренними термостатами (модели ИРФ-454 Б2М, DR45, RE40D, AR 200), имеющими модули для подачи и промывки образцов (модели DR45 и RE40D, AR 2008), с подсветками для проведения анализа в условиях пониженного освещения, а также с имеющимися интерфейсами для подключения к компьютеру и возможностью распечатать и обработать полученные данные (модели RE40D, DR4).



**Рисунок 8** – Разные модели 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, от плотности.

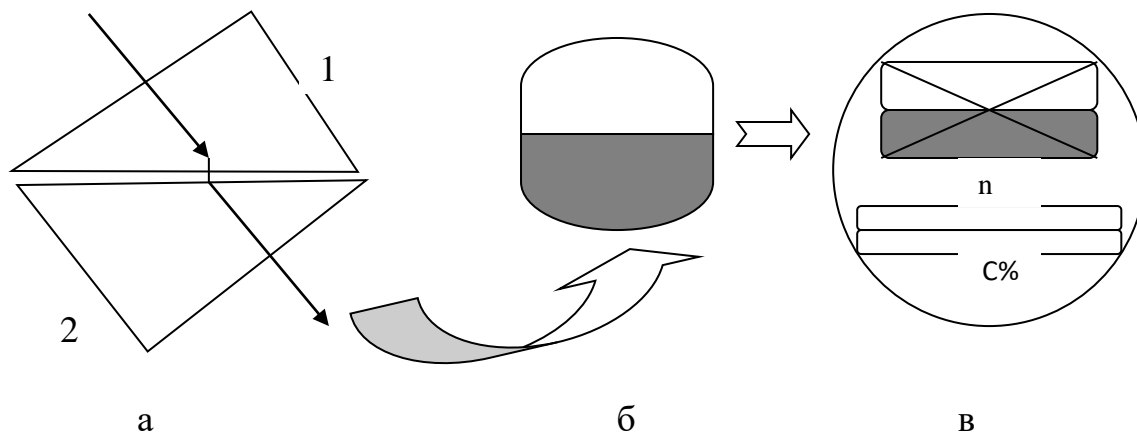
**Оборудование:** рефрактометр-сахариметр любой марки с относительной точностью определения показателя преломления  $n \pm 0,0001$ ., пипетки на 1-5 мл, резиновые груши, стеклянные палочки, стаканы на 50 мл, марлевые салфетки, фильтровальная бумага.

**Реактивы:** четыре комплекта (по четыре рабочих раствора в каждом) растворов сахарозы или другого сахара с определенными концентрациями; комплекты растворителей: а) пентан, гексан, гептан, октан, нонан, декан; б) хлорметан, дихлорметан, хлороформ, четыреххлористый углерод; в) этиловый спирт, этиленгликоль, глицерин либо другие; склянки со спиртом или эфиром, дистиллированная вода.

#### ***Подготовка рефрактометра к работе.***

Настройка рефрактометра-сахариметра осуществляется в соответствии с инструкцией к прибору. Для проверки показаний рефрактометра наносят каплю дистиллированной воды на нижнюю призму рефрактометра. Для этого отслаивают осветительное окошко и отклоняют до упора корпус с верхней призмой. Очищают поверхность призм с помощью мягкой ветоши, смоченной спиртом или эфиром. Стеклопалочкой с закругленным концом переносят несколько капель дистиллированной воды на поверхность измерительной призмы так, чтобы после закрытия верхней осветительной призмой вся поверхность была покрыта жидкостью. Затем открывают плоское зеркало и ждут, чтобы выровнялась температура жидкости и призм. Осветительное окошко верхней призмы направляют в сторону наиболее интенсивного источника света. Во время измерений в проходящем свете зеркало должно заслонять отверстие рефрактометрической призмы.

Путем поворота регулировочных маховиков получают резкое отчетливое и практически бесцветное разграничение светлого и темного фона в поле зрения окуляра (рис. 9) и устанавливают шкалу рефрактометра с помощью регулировочного винта.



**Рисунок 9** – Принципиальная схема рефрактометра:

а) осветительная (1) и рефрактометрическая (2) призмы; б, в) – поле зрения окуляра с границей света-тени и шкалой показателя преломления и концентрации сахара.

Поворачивая маховик, наводят граничную линию точно на середину креста в верхнем окошке окуляра. Вертикальная линия в нижнем окошке окуляра покажет тогда результат измерения на шкале коэффициента преломления или процентного содержания сахара в исследуемом веществе. Если рефрактометр исправен, он дает при 20 °С значение  $n = 1,333$  для воды, что отвечает 0 % содержания сахарозы в растворе. В случае несоответствия показателя преломления установить шкалу рефрактометра с помощью регулировочного винта.

Влияние температуры в рефрактометрии исключают, термостатируя призмные блоки, имеющие водные рубашки. При температурах, отличающихся от 20 °С на 5–7 °С можно не термостатировать призмы рефрактометра, а при расчетах вводить поправку по формуле:

$$n_{20} = n_t - (20 - t) \cdot 0,0002, \quad (1)$$

где  $n_t$  – показатель преломления при температуре измерения;

$n_{20}$  – показатель преломления при 20 °С;



$t$  – температура, при которой измеряют показатель преломления.

В этом случае исследуемый раствор, растворитель и рефрактометр должны находиться 30–40 минут в условиях одинаковой температуры.

Сильно адсорбирующие жидкости (с темной окраской) нужно исследовать в отраженном свете. С этой целью следует надвинуть экран на осветительное окошко, отклонить зеркало и осветить им отверстие в нижней части рефрактометрической призмы.

### ***Ход работы***

#### ***Опыт 1. Определение показателя преломления и концентрации растворенного вещества в растворах сахарозы (глюкозы или другого сахара).***

Берут четыре склянки с растворами сахарозы разной концентрации и на рефрактометре определяют показатель преломления и концентрацию растворенного вещества по описанной выше методике проведения анализа. После каждого анализа протирают рабочие призмы сначала дистиллированной водой, а потом эфиром или спиртом. Правильность определения концентраций растворов проверяют у преподавателя (также стоит ознакомиться с данными таблицы приложения 5). Заносят данные в рабочую тетрадь в виде таблицы:

№ образца	Показатель преломления ( $n_D$ )	Массовая доля сахара ( $\omega$ , %)
1...		

Готовят раствор сахарозы определенной концентрации по заданию преподавателя. Определяют показатель преломления и сверяют концентрацию раствора на рефрактометре. Если анализ проводится при температуре, отличающейся от 20 °С на 5–7 °С, необходимо сделать перерасчет значения показателя преломления по формуле 1 стр. 38.

Далее делают вывод о соответствии результатов измерения с величиной концентрации приготовленного раствора и определяют погрешность.

На основании полученных данных строят график зависимости в координатах: концентрация раствора ( $C$ , %) – показатель преломления ( $n$ ). Срав-

нивают процентную концентрацию сахара, измеренную экспериментально с рассчитанной по формуле.

$$C(\%) = (n - n_{H_2O}) / 0,00142$$

Делают вывод о зависимости коэффициента преломления от концентрации раствора.

**Опыт 2. Определение коэффициента преломления органических растворителей и его зависимости от плотности веществ.**

По приведенной методике определяют показатели преломления каждого растворителя. Измеряют плотности анализируемых растворителей ареометром. Заносят данные в рабочую тетрадь с указанием структурных формул исследованных веществ. Полученные результаты сверяют с данными, приведенными в справочной таблице приложения 4.

Полученные данные исследованных веществ заносят в рабочую тетрадь в виде таблицы:

№ образца	Измеренные данные		Данные по справочнику		Молекулярные и структурные формулы растворителей
	$n_D$	$\rho$ (г/см <sup>3</sup> )	$n_D$	$\rho$ (г/см <sup>3</sup> )	

По полученным данным строят график зависимости показателя преломления от плотности. Анализируют зависимость плотности вещества от его строения и наличия функциональных групп.

*Все графики строятся на миллиметровой бумаге.*

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе, также делают вывод о степени чистоты исследуемых растворителей.

**Лабораторная работа № 7**

**Определение концентрации этилового спирта в водном растворе**

Определение основано на зависимости показателя преломления водно-спиртового раствора от концентрации спирта при прочих равных условиях.

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

**Оборудование:** рефрактометр любой марки с относительной точностью определения показателя преломления  $n \pm 0,0001$ ; бюретки вместимостью 25 мл; пипетки на 1–2 мл; фильтровальная бумага; марлевые салфетки.

**Реактивы:** этиловый спирт; вода дистиллированная; этиловый спирт или эфир для обработки призм.

### **Ход работы**

**Подготовка стандартных растворов.** Предварительно подготовить бюретку к работе заполняя ее спиртом. Затем готовят серию стандартных растворов этилового спирта, для чего наливают в колбы из бюретки следующие объемы воды и спирта ( $V$ , мл):

H <sub>2</sub> O	9,5	9,0	8,5	8,0	7,0	6,0	5,0
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0

Тщательно перемешивают растворы и определяют показатель преломления каждого из них.

Предварительно настроить рефрактометр к работе согласно инструкции (см. л. р. № 6). Затем с помощью пипетки помещают 1–2 капли раствора между призмами рефрактометра, освещают призмы и наблюдают в окуляр границу светотени. Поворотом призм рефрактометра подводят границу темного поля с перекрестием в окуляре. Несколько сдвигают окуляр с равновесного положения и повторяют определение.

Удаляют раствор с призм рефрактометра с помощью ватного или марлевого тампона, или фильтровальной бумаги, промывают их дистиллированной водой, вытирают кусочком фильтровальной бумаги, наливают новый стандартный раствор и повторяют определение. Полученные результаты измерений заносят в таблицу:

№ п/п	Содержание спирта в растворе, % (объемн.)	По шкале			Среднее
		1	2	3	

**Построение калибровочного графика.** По результатам анализа строят калибровочный график в координатах: показатель преломления – содержание спирта в % (объемн.). Затем получить у преподавателя контрольный раствор спирта неизвестной концентрации, определяют на рефрактометре показатель преломления и по калибровочному графику определяют концентрацию спирта в контрольном растворе. По окончании измерений и установки концентрации исследуемого спирта рассчитать % ошибки, узнав у преподавателя истинную концентрацию спирта в контрольной задаче. [13]

*Все графики строятся на миллиметровой бумаге.*

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе, также делают вывод о степени чистоты исследуемых растворителей.

### **Лабораторная работа № 8 (контрольная работа).**

#### **Определение фактора показателя преломления раствора хлорида кальция рефрактометрическим методом**

Настоящая методика распространяется на водные, разбавленные растворы и устанавливает метод определения фактора показателя преломления: рефрактометрический – для неокрашенных и слабоокрашенных веществ.

Для проведения испытаний применяют реактивы квалификации «химически чистый» (х.ч.) и дистиллированную воду.

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

#### **Сущность метода.**

Метод основан на рефрактометрическом анализе растворов с различными массовыми долями веществ.

Диапазон измеряемых показателей преломления при измерении в проходящем свете 1,3–1,7. Точность измерения показателя преломления должна быть не ниже  $\pm (2 \cdot 10^{-4})$ .

**Аппаратура, оборудование и материалы:** рефрактометр любой марки с относительной точностью определения показателя преломления  $n \pm 0,0001$ ; весы теххимические с наибольшим пределом взвешивания до 150 г, 2-го класса точности; термометры лабораторные; стаканы химические на 100 мл; цилиндры мерные на 50 мл; палочки стеклянные; шпатели; салфетки марлевые; фильтровальная бумага.

**Реактивы:** спирт этиловый; кальция хлорид, сухая соль; вода дистиллированная.

#### ***Подготовка к испытанию.***

В четырех стаканах вместимостью 100 мл готовят 4, 6, 8 и 10 % растворы анализируемого вещества, массой 50 г. Готовят одну серию растворов.

#### ***Проведение испытаний.***

1. Замерить температуру окружающей среды. Если измерения проводятся при температуре отличной от температуры 20 °С, необходимо произвести пересчет показаний на 20 °С.

2. Подготовить рефрактометр к работе и настроить его в соответствии с инструкцией к прибору по дистиллированной воде, для которой  $n^{20}_D = 1,3330$  и  $n^{25}_D = 1,3325$ . Стеклянной палочкой нанести несколько капель дистиллированной воды на измерительную призму. Опустить осветительную призму так, чтобы вода распространилась по полной поверхности измерительной призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдержать примерно 30 секунд прежде, чем приступить к следующему шагу. Это позволит образцу адаптироваться к температуре окружающей среды.

3. Затем призму тщательно протереть спиртом и дать просохнуть нанести такое же количество испытуемого раствора и определить показатель преломления. Определение провести для всех исследуемых растворов не менее двух раз, до получения сходимости четвертого знака после запятой.

### **Обработка результатов и расчеты.**

Если определение выполнено при температуре, отличающейся от  $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ , то вносят следующие поправки:

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,0001(t - 20)$$

где 0,0001 – температурный коэффициент,  $^\circ\text{C}^{-1}$

$n_D^{20}$  – показатель преломления при  $20^\circ\text{C}$ ;

$n_D^t$  – показатель преломления при температуре измерения;

t – температура измерения,  $^\circ\text{C}$ .

Таким образом, при изменении температуры на один градус показатель преломления разбавленного водного раствора изменяется приблизительно на 0,0001.

Фактор показателя преломления для каждой концентрации рассчитывают по формуле до пятого знака после запятой:

$$F_x = \frac{n - n_0}{C_x},$$

Где  $n$  – показатель преломления раствора;

$n_0$  – показатель преломления растворителя (для воды = 1,3330);

$C_x$  – концентрация растворенного вещества X, %;

$F_x$  – фактор показателя преломления вещества X.

Фактор показателя преломления соединения рассчитывают, как среднее арифметическое факторов для каждой концентрации.

Величина  $F_x$  должна находиться в пределах 0,00116 – 0,00118 (приложение б).

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в *бланке отчета* и сделайте общий вывод по работе.

### **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 %.

Измерение электрических параметров для определения состава веществ является одним из важнейших приемов аналитической химии. В основе электрохимических методов анализа лежат процессы, протекающие на электродах или в межэлектродном пространстве. 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).

Несмотря на то, что число параметров, характеризующих электрические свойства растворов, ограничено, известно много различных электрохимических методов:

- ✓ потенциометрия (частный случай рН-метрии);
- ✓ вольтамперометрия (вольтаметрия, амперометрия, полярография);
- ✓ кулонометрия;
- ✓ кондуктометрия;
- ✓ электрогравиметрия.

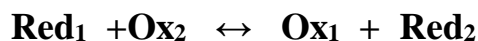
В электрохимических методах используют уникальную способность окислительно-восстановительных реакций протекать не только при непосредственном контакте, но и при их пространственном разделении.

Электрохимические методы анализа основаны на использовании электрохимических процессов, происходящих в электролитической ячейке (гальваническом элементе, цепи).

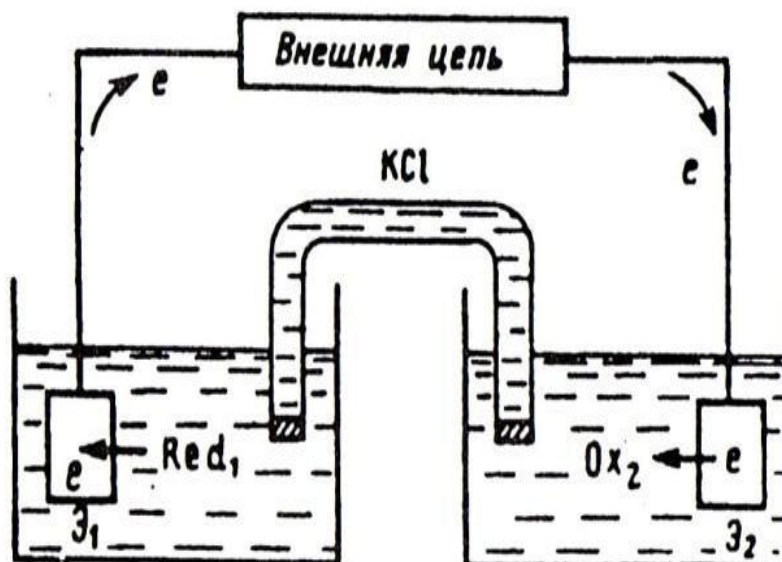
Электролитическая ячейка – электрохимическая система, состоящая из электродов (оптимально – это два), один из которых индикаторный или рабочий, а второй – электрод сравнения, и электролитов, контактирующих между собой. В такой системе реализуется способность окислительно-восстановительных реакций протекать при пространственном разделении



окислителя и восстановителя. При замыкании цепи в электрохимической ячейке протекает следующая реакция:



Простейшая электрохимическая ячейка представлена на рис. 10.

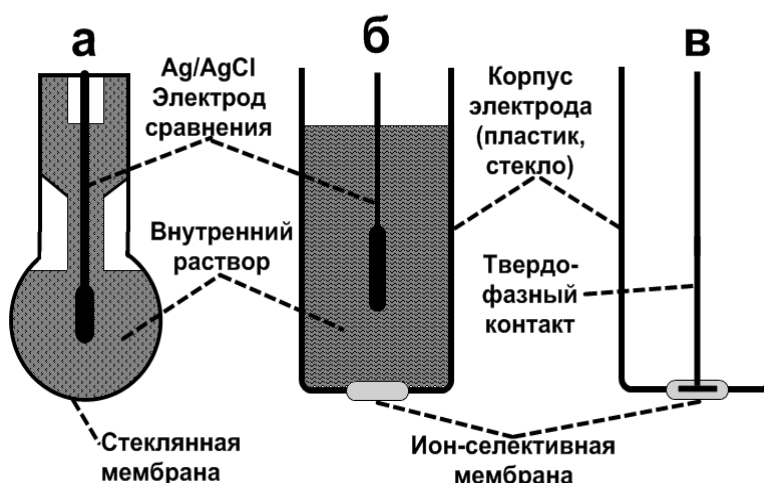


**Рисунок 10** – Электрохимическая ячейка: Э<sub>1</sub>, Э<sub>2</sub> – электроды; Red<sub>1</sub> – восстановитель; Ox<sub>2</sub> – окислитель.

Электрод, потенциал которого реагирует на изменение состава анализируемого раствора, является **индикаторным или измерительным**. Такой электрод не должен реагировать с компонентами раствора. Индикаторные электроды делят на необратимые и обратимые. Как правило, в аналитической химии используют обратимые электроды, для которых выполняется уравнение Нернста. Потенциал таких электродов зависит от активности (концентрации) участников электродной реакции. Материал для таких электродов должен быть химически инертным (например, благородные металлы, углеродные материалы – графит, стеклоуглерод). Примером индикаторного электрода служит стеклянный (рис. 11, 12), водородный, хингидронный электроды. К индикаторным электродам относят и ионоселективные электроды, потенциалы которых зависят от концентрации конкретно определяемого иона в

растворе (например, фторидселективный, бромидселективный электроды (рис. 11) и др.).

Второй электрод должен обладать постоянным и не зависящим от состава раствора потенциалом – это *электрод сравнения*, так называемая своеобразная точка отсчета измеряемого электрического параметра индикаторным электродом. Электрод сравнения характеризуется низким электрическим сопротивлением, отсутствием влияния на состав раствора, способностью не вызывать появления диффузионного потенциала и т.д. Примером электродов сравнения могут служить хлорсеребряный электрод (серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра и помещенная в раствор хлорида калия, рис. 11, 12) и каломельный электрод (состоит из металлической ртути, каломели и раствора хлорида калия, рис. 11, 12).



**Рисунок 11** – Индикаторные электроды: стеклянный (хлоридсеребряный)-рН чувствительный (а), ионоселективные с жидкой (б) и твердой (в) мембраной.

Индикаторные и электроды сравнения имеют различные размеры и формы, изготовленные соответственно методам, в которых их применяют.

На электродах происходят различные физические и химические процессы, о глубине протекания которых можно судить путем измерения напряжения, силы тока, электрического сопротивления, электрического заряда или

подвижности заряженных частиц в электрическом поле, являющихся аналитическими сигналами.

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. Их можно классифицировать следующим образом:

**I.** Методы без протекания электродной реакции, в которых строение двойного электрического слоя в расчет не принимаются – *метод кондуктометрии*;

**II.** Методы, основанные на электродных реакциях в отсутствии тока – *метод потенциометрии (частный случай – рН-метрия)*;

**III.** Методы, основанные на электродных реакциях под действием тока – *методы вольтамперометрии, кулонометрии, электрогравиметрии*.

С методической точки зрения электрохимические методы анализа можно разделить на прямые и косвенные. В прямых методах, как правило, используют зависимость любого электрического параметра (силы тока, потенциала, электропроводимости и т.д.) от концентрации определяемого компонента. Тогда как, косвенные методы представляют собой методы титрования, в которых конечную точку титрования определяют электрохимическим способом.

### **Глава 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

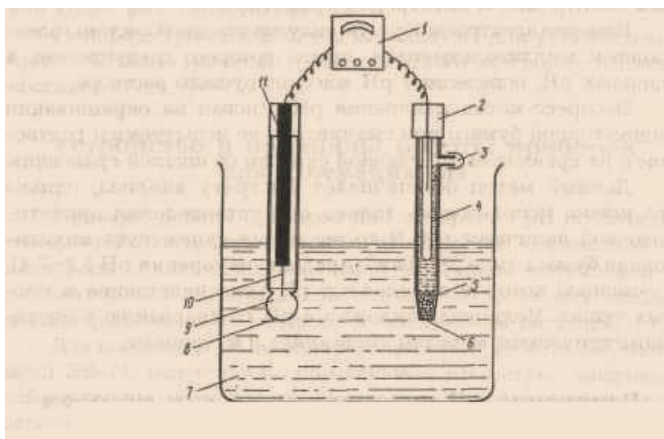
иона. Потенциал электрода ( $E$ ) связан с активной концентрацией веществ, участвующих в электродном процессе, уравнением Нернста:

$$E = E^0 + (RT / nF) \cdot \ln a_{Ox} / a_{Red},$$

где  $E^0$  – стандартный потенциал электродной реакции (при температуре  $T = 298$  К);  $a_{Ox}$  и  $a_{Red}$  – активности окисленной и восстановленной форм ионов;  $n$  – число электронов, участвующих в окислительно-восстановительном процессе;  $R$  – универсальная газовая постоянная;  $F$  – постоянная Фарадея (96500 Кл/моль).

В потенциометрическом методе измеряют разность потенциалов (напряжение) между индикаторным электродом и электродом сравнения, имеющим постоянный потенциал. Как правило, в потенциометрии применяют *мембранные (ионоселективные)* и *металлические индикаторные* электроды. Как было показано ранее, индикаторный электрод должен быстро и необратимо реагировать на изменение концентрации определяемого иона.

Принципиальная схема потенциометрической ячейки представлена на рис. 12.



**Рисунок 12** – Схема-рисунок потенциометрической ячейки:

1 – измерительный прибор (потенциометр); 2 – электрод сравнения;  
3 – отверстие для заполнения электрода хлоридом калия; 4 – каломель ( $Hg/Hg_2Cl_2$  в насыщенном растворе хлорида калия); 5 – кристаллы хлорида калия; 6 – пористая мембрана; 7 – раствор; 8 – стекло, проницаемое для ионов водорода; 9 – 0,1 М раствор соляной кислоты; 10 – серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра; 11 – стеклянный электрод (индикаторный).

Потенциометрические методы анализа подразделяются на прямую потенциометрию (ионометрию) и потенциометрическое титрование. Ионометрия основана на прямом применении уравнения Нернста для нахождения активностей или концентраций участника электродной реакции по экспериментально измеренной ЭДС цепи или потенциалу соответствующего электрода.

Используя зависимость потенциала индикаторного электрода от состава раствора, определяют конечную точку титрования. Для этого измеряют потенциал или значение рН после добавления каждой порции титранта. Заметив объем, при котором наблюдается резкое изменение потенциала (рН) – скачок титрования, проводят точное титрование. По полученным результатам можно построить кривую титрования в разных формах: в интегральной, в виде первой и второй производных. Таким образом, конечную точку титрования можно найти графически, считая, что кривая титрования симметрична относительно точки эквивалентности.

В потенциометрическом титровании применяют самые разнообразные реакции: кислотно-основные, комплексообразования, окислительно-восстановительные и осаднения, дающие достаточно точный результат. Довольно часто в кислотно-основном титровании в качестве индикаторного электрода используют рН-чувствительный стеклянный. Потенциометрическое титрование обладает рядом преимуществ по сравнению с прямой потенциометрией: в этом методе не существует искажения результатов за счет диффузионного потенциала, не надо знать коэффициент активности определяемого иона, исключаются субъективные ошибки, можно анализировать мутные и окрашенные растворы и мн. др.

***Частным случаем потенциометрии является рН-метрия.***

## 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.

**Оборудование:** рН-метр любой марки; электроды – стеклянный (индикаторный) и каломельный (сравнения); стаканы на 100 мл; фильтровальная бумага; термометр.

**Реактивы:** 1,0М, 0,1М, 0,01М, 0,001М, 0,0001М растворы солей  $Al_2(SO_4)_3$ ,  $CH_3COONa$  (или других); буферные растворы с известными значениями рН; дистиллированная вода.

**Принцип метода.** В водных растворах солей, образованных слабой кислотой и сильным основанием, слабым основанием и сильной кислотой, а также слабой кислотой и слабым основанием протекает реакция обменного разложения соли водой, называемая реакцией гидролиза. Реакция гидролиза приводит к образованию слабого электролита, смещению равновесия диссоциации воды, в результате чего происходит изменение среды раствора. Соли, образованные слабой кислотой и сильным основанием гидролизуются по аниону, в их растворах накапливаются гидроксид-ионы и среда раствора становится щелочной ( $pH > 7$ ). Соли, образованные слабым основанием и сильной кислотой гидролизуются по катиону, в их растворах накапливаются катионы водорода и среда раствора становится кислой ( $pH < 7$ ). Соли, образованные слабой кислотой и слабым основанием гидролизуются по катиону и по аниону и среда раствора близка к нейтральной ( $pH \approx 7$ ). Концентрация ионов водорода или гидроксид-ионов в растворе зависит от степени гидролиза соли, поэтому, измеряя величину рН, можно рассчитать степень гидролиза.

Степень гидролиза солей ( $h$ ) вычисляют по формулам:

$$h = \frac{\Delta[H^+]}{[MeA]} \cdot 100, \% \quad (1) \quad \text{Для соли, гидролизующейся по катиону, } pH < 7.$$

$$h = \frac{\Delta[OH^-]}{[MeA]} \cdot 100, \% \quad (2) \quad \text{Для соли, гидролизующейся по аниону, } pH > 7.$$

$$\Delta[H^+] = [H^+]_{соли} - [H^+]_{воды}$$

$$\Delta[OH^-] = [OH^-]_{соли} - [OH^-]_{воды}, \text{ где}$$

$[H^+]_{соли}$  – концентрация катионов водорода в растворе соли;

$[H^+]_{воды}$  – концентрация катионов водорода в дистиллированной воде;

$[OH^-]_{соли}$  – концентрация гидроксид-ионов в растворе соли;

$[OH^-]_{воды}$  – концентрация гидроксид-ионов в дистиллированной воде;

$[MeA]$  – молярная концентрация соли.

$$pH = -\lg [H^+]; pOH = -\lg [OH^-]; pH + pOH = 14.$$

### *Ход работы*

Перед проведением анализа знакомятся с основными органами обслуживания и узлами потенциометра (рН-метра ОР-211/2 radelkis), используя сам прибор и его схему в приложении 7, I. Далее настраивают рН-метр в соответствии с инструкцией к прибору (приложение 7, II). Настройка аппарата производится с помощью двух буферных растворов с известным значением рН. Значение рН первого буферного раствора должно находиться в пределах 4,8–8,4 рН. Электроды не должны касаться друг друга, стенок и дна стакана.

После согласования прибора по буферным растворам приступают к измерению рН исследуемых растворов (ознакомьтесь с инструкцией в приложении 7, III).

Также для рН измерений можно воспользоваться рН-метром марки АНИОН 4100 (фото прибора и порядок работы на нем приведен в приложении 8).

### *Выполнение измерений:*

1. В химический стакан на 100 мл наливают дистиллированную воду и определяют величину рН с помощью рН-метра.
2. Определяют величину рН растворов солей  $Al_2(SO_4)_3$  или  $CH_3COONa$

(или других солей по выбору преподавателя) с концентрациями: 1,0М, 0,1М, 0,01М, 0,001М, 0,0001М. После каждого измерения извлекают электроды из исследуемого раствора, промывают и высушивают фильтровальной бумагой.

Полученные значения заносят в таблицу следующей формы:

Значения концентраций растворов (моль/л)	1,0М	0,1М	0,01М	0,001М	0,0001М
Растворы соли сульфата алюминия $Al_2(SO_4)_3$					
Значения pH					
Растворы соли ацетата натрия $CH_3COONa$					
Значения pH					

3. Зная pH, определяют концентрацию катионов водорода или гидроксид-ионов в растворах исследуемых солей и дистиллированной воде.

4. Рассчитывают величину степени гидролиза исследованной соли, используя формулы (1) и (2) и данные таблицы приложения 9.

5. Строят график зависимости степени гидролиза соли (h) от концентрации (С, моль/л) на миллиметровой бумаге.

6. По окончании эксперимента промыть электроды дистиллированной водой и опустит в стакан с водой. Выключить потенциометр и привести рабочее место в порядок.

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе.

### 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.

**Оборудование:** рН-метр любой марки; каломельный или хлорсеребряный электроды сравнения; стеклянный индикаторный электрод; магнитные



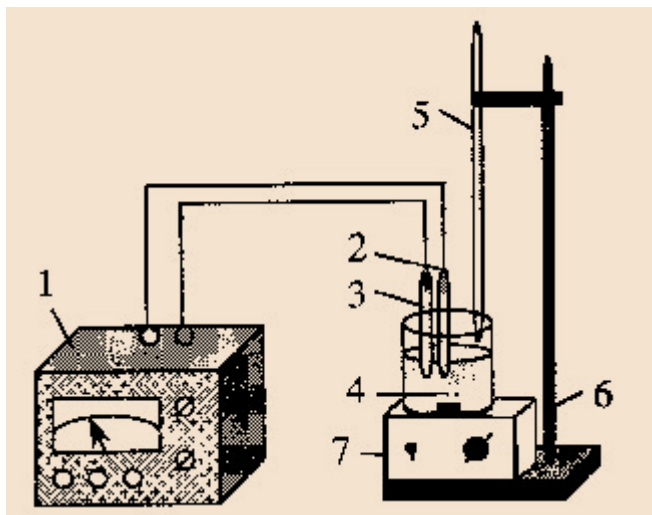
мешалки; мерные колбы на 100 мл; химические стаканы на 100–150 мл; бюретки на 25–50 мл с делениями в 0,1 мл; пипетки на 20–25 мл; груши резиновые; фильтровальная бумага; термометр.

**Реактивы:** анализируемый раствор – смесь ~ 0,1М растворов HCl и H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>; маннит или глицерин; стандартный 0,1М раствор NaOH.

**Принцип метода:** Борную кислоту H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> в водном растворе титровать нельзя, так как константа диссоциации ее мала ( $pK_{a1} = 9,24$ ). Однако в присутствии некоторых органических веществ (маннита, глицерина) свойства борной кислоты усиливаются за счет образования более сильной кислоты (например, борманнитовой или бороглицериновой). Сначала смесь титруют без добавления глицерина (маннита), при этом титруется только сильная хлороводородная кислота. После этого добавляют в раствор маннит или глицерин и титруют H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> как одноосновную кислоту. Измеряют pH раствора по ходу титрования.

### Ход работы

Для проведения анализа собирают установку для потенциометрического титрования, представленную на рисунке 12.



**Рисунок 12** – Схема установки для потенциометрического титрования:

1 – потенциометр; 2 – индикаторный электрод; 3 – электрод сравнения; 4 – исследуемый раствор с магнитом; 5 – бюретка с рабочим раствором; 6 – штатив; 7 – магнитная мешалка.

Проводят процедуру настройки pH – метра в соответствии с инструкцией к прибору (приложений 7 или 8).

Анализируемый раствор (произвольное количество от 20 до 50 мл) смеси кислот в мерной колбе на 100 мл разбавляют до метки дистиллированной водой. Переносят пипеткой 60–70 мл в стакан для титрования и погру-

жают в него электроды (сравнения и индикаторный). Перемешивают раствор с помощью магнитной мешалки. Несколько минут дают адаптироваться электродам к анализируемому раствору.

Бюретку, наполненную раствором щелочи известной концентрации, устанавливают над стаканом с титруемым раствором смеси кислот. Смесь титруют раствором NaOH, прибавляя его из *микробюретки* по 0,2 мл. Записывают показания рН-метра и объем NaOH. По резкому изменению значения рН определяют первый скачок потенциала, соответствующий точке эквивалентности титрования хлороводородной кислоты. Затем прибавляют 10 мл глицерина (или маннита) и продолжают титрование до обнаружения второго скачка потенциала. Для получения более точных результатов проводят повторное определение. Данные заносят в таблицу:

№ п/п	$V_{\text{NaOH}}$ (мл)	рН
	0,2	
	0,2...и т.д.	

Строят две кривые зависимости: одну в координатах рН –  $V_{\text{NaOH}}$ , другую  $\Delta\text{pH}/\Delta V - V_{\text{NaOH}}$ . По графикам находят  $V_1$  – объем раствора NaOH (мл), израсходованного на титрование HCl и  $V_2$  – объем раствора NaOH (мл), израсходованного на титрование  $\text{H}_3\text{BO}_3$ . Рассчитывают содержание HCl и  $\text{H}_3\text{BO}_3$  в анализируемой пробе раствора.

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе.

### Лабораторная работа № 11 (контрольная)

#### Определение титруемой кислотности сока потенциометрическим методом

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

**Оборудование:** рН-метр с погрешностью измерения не более  $\pm 0,05$  в

диапазоне измерения рН от 4 до 9; электроды измерительные (стеклянные) и сравнения (хлорсеребряные, каломельные или другие) или комбинированный электрод; мешалка магнитная с магнитом; бюретки на 25 мл; конические колбы для титрования на 100 мл; химические стаканы на 100 мл; химические стаканы на 250 мл; пипетки Мора на 25 мл; пипетки на 2, 5, 10 мл; колбы мерные на 250 мл; воронки стеклянные; палочки стеклянные; бумага фильтровальная.

**Реактивы:** растворы буферные с рН 6,86 и 9,18; натрия гидроксид, ~ 0,1н раствор; соляная кислота, 0,1н раствор (фиксанал); фенолфталеин, спиртовой раствор; анализируемый раствор (яблочный сок или любой другой).

#### **Принцип метода.**

Метод основан на потенциометрическом титровании исследуемого раствора до рН 8,1 раствором гидроксида натрия  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/л.

Пределы возможной относительной погрешности измерения  $D_n = D_v = 3\%$ ;  $P = 0,95$ .

#### **Подготовка к анализу.**

##### 1. Установление титра гидроксида натрия.

Титр устанавливают по 0,1н раствору соляной кислоты. Для этого 10 мл раствора соляной кислоты вносят в колбу для титрования на 100 мл, прибавляют несколько капель индикатора фенолфталеина. Титруют при сильном перемешивании раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски, устойчивой в течение 30 секунд. Титрование проводят два раза.

Поправочный коэффициент ( $K$ ) к нормальности раствора гидроксида натрия вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  – средний объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, мл.

##### 2. Подготовка пробы.

Часть предварительно перемешанной лабораторной пробы фильтруют через бумажный фильтр. В мерную колбу на 250 мл пипеткой вносят 25 мл фильтрата, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

3. Проверяют правильность работы рН-метра, используя буферные растворы.

#### ***Методика определения.***

В химический стакан на 100 мл помещают магнит, вносят пипеткой пробу для анализа, объемом 25 мл. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, погружают электроды, и при непрерывном перемешивании титруют из бюретки раствором гидроксида натрия сначала быстро, пока значение рН, измеряемое рН-метром, не достигнет 6,0, затем медленнее – до рН = 7,0, а затем по каплям, пока значение рН не достигнет  $(8,1 \pm 0,2)$ .

#### ***Обработка результатов.***

Титруемую кислотность  $X$ , в расчете на преобладающую кислоту в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{K \cdot V \cdot C \cdot M \cdot V_0}{V_{\text{п}} \cdot V_1 \cdot 10}, \text{ где}$$

$V$  – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, мл;

$K$  – поправочный коэффициент к титру раствора гидроксида натрия;

$C$  – нормальная концентрация раствора гидроксида натрия;

$V_0$  – объем колбы, 250 мл;

$V_1$  – объем аликвоты, взятой для титрования, мл;

$V_{\text{п}}$  – объем пробы сока, взятой для анализа, мл;

$M$  – молярная масса, г/моль, равная для яблочной кислоты 67,0.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 5 % ( $P = 0,95$ ). Вычисления проводят до второго десятичного знака. Результат округляют до первого десятичного знака.

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, %.

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в *бланке отчета* и сделайте общий вывод по работе.

### **Вопросы для контроля знаний**

1. Какова природа происхождения аналитического сигнала в электрохимических методах анализа?
2. В чем сущность потенциметрического метода анализа?
3. Какого рода определения можно проводить с помощью потенциметрического 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 потенциметрического титрования?
12. Для чего используются кривые титрования в потенциметрии? Как определяется точка эквивалентности в потенциметрическом титровании?
13. В координатах каких показателей потенциметрического титрования кривые титрования дают более точную информацию?

## **Глава 2.2 Кондуктометрический анализ (кондуктометрия)**

Кондуктометрия является весьма распространённым физико-химическим аналитическим методом, который применяется при заводском контроле (измерение солесодержания котельных вод, регенерация ионообменных смол, контроль процессов очистки воды), в научно-исследовательской работе (определение константы диссоциации, коэффициента растворимости, константы равновесия химических реакций) и других областях науки и техники. Кондуктометрия характеризуется высокой экспрессностью, простотой и доступностью измерительных приборов, удобством работы и достаточной точностью.

**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. В поле электрического тока движущиеся в растворе ионы испытывают тормозящее действие со стороны молекул растворителя и окружающих противоположно заряженных ионов. Это так называемый релаксационный и электрофоретический эффекты. Результатом такого тормозящего действия является сопротивление раствора прохождению электрического тока. Электропроводность раствора определяется, в основном, числом, скоростью (подвижностью) мигрирующих ионов, количеством переносимых ими зарядов и зависит от температуры и природы растворителя.

Растворы электролитов, являясь проводниками второго рода, подчиняются закону Ома:  $I = U / R$ .

Чтобы измерить сопротивление раствора, в него погружают электроды. По аналогии с проводниками первого рода сопротивление раствора прямо пропорционально расстоянию между электродами  $d$  и обратно пропорционально площади их поверхности  $S$ :  $R = \rho \cdot d / S$ .

Коэффициент пропорциональности  $\rho$  – удельное сопротивление (Ом·см). При  $d = 1\text{ см}$  и  $S = 1\text{ см}^2$   $R = \rho$ , следовательно, удельное сопротивление равно сопротивлению  $1\text{ см}^3$  раствора.

Величину, обратную удельному сопротивлению, называют *удельной электрической проводимостью* –  $\alpha$ . Удельная электропроводность раствора ( $\text{см} \cdot \text{см}^{-1}$  или  $\text{Ом}^{-1}$ ) – это электропроводность  $1\text{ см}^3$  раствора, находящегося между электродами площадью  $1\text{ см}^2$ , расстояние между которыми равно  $1\text{ см}$ . Из выше представленных уравнений следует, что она численно равна току, проходящему через слой раствора с поперечным сечением, равным единице, под действием градиента потенциала  $1\text{ В}$  на единицу длины.

Кроме этого различают *эквивалентную*  $\lambda$  электропроводность раствора или подвижность, которая характеризует электрическую проводимость разбавленных растворов, и зависит от суммарного числа ионов в растворе (то есть от концентрации), числа экспериментальных зарядов, переносимых каждым ионом (то есть от заряда иона), и от скорости движения одинаково заряженных ионов к катоду или аноду под действием электрического поля. Эквивалентная проводимость может быть определена расчётом из удельной проводимости с помощью формулы:  $\lambda = \alpha \cdot V$ , где  $V$  – разбавление, выраженное в единицах  $\text{см}^3/\text{моль}$ , и определяемое по формуле  $V = 1000 / C$  ( $C$  – концентрация раствора).

Электропроводность раствора (или его сопротивление) измеряют в электрохимической (кондуктометрической) ячейке, представляющей собой стеклянный сосуд, с вмонтированными электродами (для большей площади электродов их платинируют, то есть покрывают платиновой чернью). Конструкция ячейки для кондуктометрических измерений должна соответствовать интервалу измеряемых сопротивлений и константа ячейки при этих измерениях должна оставаться постоянной. Константа ячейки или постоянная ячейки ( $\Theta$ ,  $\text{см}^{-1}$ ) определяется площадью электродов ( $S$ ,  $\text{см}^2$ ) и расстоянием между ними ( $d$ , см):  $\Theta = d/S$

Так как геометрическое определение  $d$  и  $S$  связано с трудностями, поэтому отношение  $d/S$ , называемое постоянной (константой) ячейки  $\Theta$ , определяют с помощью растворов с известной удельной проводимостью и рассчитывается по формуле:

$$\Theta = \alpha \cdot R_P \text{ или } \Theta = \alpha/W, \text{ т.к. } R_P = 1 / W,$$

где  $R_P$  – активное сопротивление, а  $W$  – измеряемая проводимость (измеряется по шкале измерительного прибора).

Метод кондуктометрии может быть реализован в варианте прямой кондуктометрии или кондуктометрического титрования. Прямую кондуктометрию используют для измерения концентрации довольно редко, чаще используют метод кондуктометрического титрования, основанный на использовании химической реакции, в результате которой происходит заметное изменение электропроводности раствора. Так как электропроводность является функцией концентрации, то измерение электропроводности осуществляется в процессе титрования.

Прямые кондуктометрические измерения имеют погрешность 1–2 %, кондуктометрическое титрование – 2–3 %. Термостатирование процесса существенно увеличивает точность определения.

#### ***Подготовка кондуктометра к работе и проведение на нем измерений.***

Измерение проводимости можно проводить с помощью кондуктометра марки CONDUCTOMETR type ОК–104 radelkis с использованием колоколообразного платинированного электрода. Подготовка кондуктометра к работе и определение постоянной электрохимической ячейки осуществляется в соответствии с инструкцией к прибору. При настройке используют стандартные растворы хлорида калия с известными значениями удельной проводимости ( $\text{См}\cdot\text{см}^{-1}$ ), которые приведены в таблице:

Температура	0 °С	18 °С	20 °С	25 °С
1	2	3	4	5
1,0 моль/дм <sup>3</sup> КСl	0,06541	0,0982	0,1020	0,1177
0,1 моль/дм <sup>3</sup> КСl	0,00715	0,01119	0,01167	0,01288
0,01 моль/дм <sup>3</sup> КСl	0,000775	0,0012257	0,001276	0,001411



После вычисления постоянной ячейки можно производить измерения проводимости других растворов. При этом настройки прибора должны оставаться такими же, как и при измерении проводимости эталонного раствора.

Для измерения проводимости исследуемого раствора необходимо выполнение следующих действий:

- 1) Промыть колоколообразный датчик с электродами дистиллированной водой.
- 2) Установить датчик в исследуемый раствор таким образом, чтобы все три платиновые кольца были полностью погружены в него.
- 3) После установления теплового равновесия (1-2 минуты) включить прибор нажатием кнопки «ON» до фиксации, не изменяя при этом настроек прибора, произведённых в процессе вычисления проводимости эталонного раствора;
- 4) Вычислить значение проводимости раствора  $\kappa$  по формуле:

$$\kappa = (\text{количество делений}) \cdot (\text{цена деления}) \cdot \Theta$$

*Если стрелка прибора «зашкаливает»,* следовательно, проводимость исследуемого раствора оказалась больше ожидаемой. В этом случае необходимо установить более высокий предел проводимости, для нового предела вычислить новую постоянную ячейки по выше изложенной схеме и повторить все инструкции для проведения измерения проводимости исследуемого раствора.

*Если стрелка прибора «не отклоняется»,* то это означает слишком большой предел измерений. В этом случае следует изменить предел измерений на меньший, вычислить постоянную ячейки и произвести повторные измерения проводимости исследуемого раствора, соблюдая вышеизложенные пункты.

Также можно проводить кондуктометрические измерения на более современном потенциометре (рН-метре, кондуктометре) АНИОН 4100, фото

прибора, схема-рисунок и порядок работы на нем представлены в приложении 10.

## Лабораторная работа № 12

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

**Принцип метода.** Особенно часто при нейтрализации кислот и оснований, пользуются кондуктометрическим титрованием, при котором для определения точки эквивалентности используют электрическую проводимость растворов. Метод основан на том, что в процессе титрования один вид ионов в растворе заменяется другим, имеющим другую подвижность.

Рассмотрим титрование сильной кислоты (HCl) сильной щёлочью (NaOH), при котором протекает реакция:



При добавлении к раствору хлороводородной кислоты раствора гидроксида натрия гидроксид-ионы будут соединяться с ионами водорода, обладающими большой подвижностью ( $\lambda_{H^+} = 315$ ), с образованием недиссоциированных молекул воды. Вместо ионов водорода в растворе будут оставаться ионы натрия, обладающие меньшей подвижностью ( $\lambda_{Na^+} = 43,6$ ). Поэтому по мере нейтрализации кислоты электрическая проводимость раствора будет уменьшаться до тех пор, пока все ионы водорода не заменятся ионами натрия. В момент нейтрализации электрическая проводимость раствора достигнет минимума. При дальнейшем прибавлении щёлочи в растворе будет увеличиваться общее число ионов, среди которых появятся ионы  $OH^-$  с большой подвижностью ( $\lambda_{OH^-} = 174$ ). Вследствие этого электрическая проводимость снова будет возрастать.

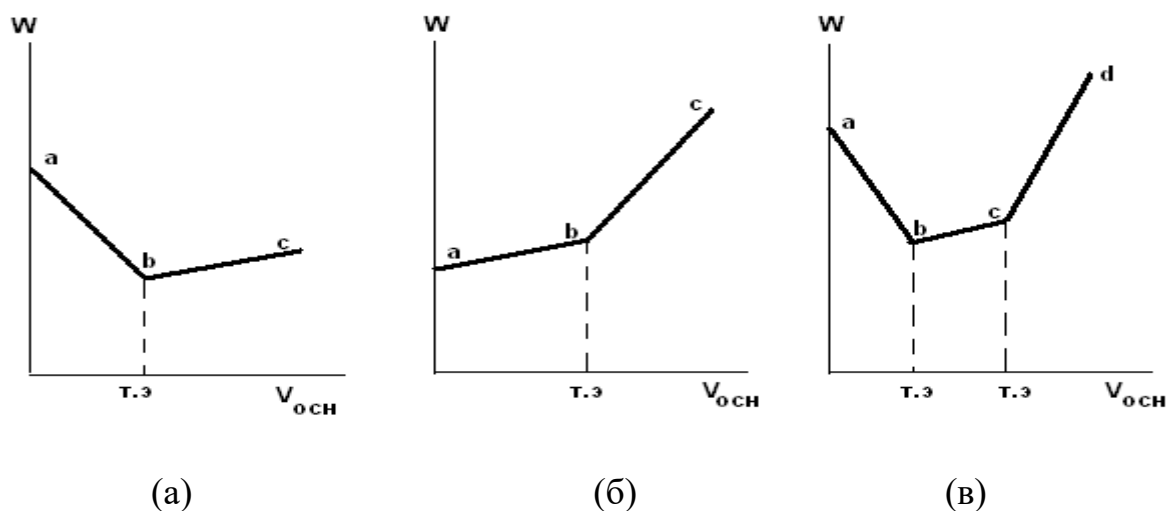
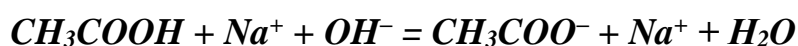
Для нахождения точки эквивалентности титрования удобно пользоваться графическим методом. На оси абсцисс откладывают число миллилитров раствора щёлочи известной концентрации, а на оси ординат – электриче-

скую проводимость раствора. Эквивалентную точку *b* находят путём продолжения прямых *ab* и *bc* до их пересечения (рис. 13, а).

В процессе титрования электрическая проводимость будет изменяться не только вследствие замены ионов с одной подвижностью на ионы с другой подвижностью, но и в результате разбавления раствора. Чтобы по возможности избежать влияния последнего фактора, раствор, которым титруют, должен быть в 10 – 20 раз более концентрированным, чем титруемый.

В случае титрования слабой кислоты (например,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) кривая титрования имеет другой вид (рис. 13, б).

Реакция протекает по уравнению:



**Рисунок 13** – Кривые титрования сильной кислоты (а), слабой кислоты (б), смеси сильной и слабой кислот (в) сильным основанием

В случае, когда в растворе присутствуют смесь сильной и слабой кислот, при прибавлении щёлочи в первую очередь нейтрализуется сильная кислота, и вследствие этого электрическая проводимость раствора уменьшается. После того как сильная кислота будет нейтрализована, происходит нейтрализация слабой кислоты и электрическая проводимость начинает медленно увеличиваться. После окончания реакции в растворе появляется избыток щё-

лочи, и электрическая проводимость быстро возрастает. На кривой должны получиться две точки перегиба: первая точка соответствует эквивалентной точке сильной кислоты, а вторая – слабой (рис. 13, в).

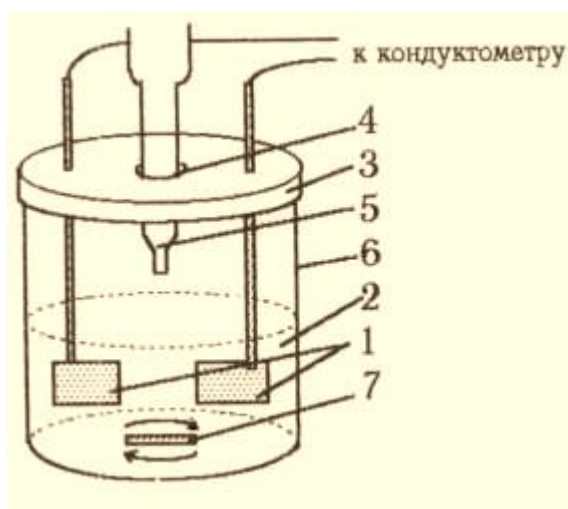
**Цель работы:** изучить принципы работы на лабораторном кондуктометре, освоить прием кондуктометрического титрования.

**Оборудование:** переносной кондуктометр или любой другой марки; колоколообразный (или другой конструкции) платиновый электрод; бюретка для титрования на 25 мл; пипетки; резиновые груши; магнитная мешалка; стаканы на 100–150 мл; стеклянные воронки.

**Реактивы:** растворы соляной кислоты 0,1М; уксусной кислоты 0,1М; 1-2 М раствор гидроксида натрия, дистиллированная вода.

### Ход работы

Для проведения анализа собирают установку для кондуктометрического титрования, схема которой представлена на рисунке 14.



**Рисунок 14** – Установка для кондуктометрического титрования:

1 – электроды, покрытие платиновой чернью; 2 – исследуемый раствор; 3 – крышка; 4 – отверстие для бюретки; 5 – бюретка с рабочим раствором; 6 – стакан; 7 – магнит для перемешивания раствора.

Определённый объём испытуемого раствора кислоты (50–70 мл) наливают в стакан (электрод (ы)) должен быть погружен в раствор так, чтобы платиновые пластины или кольца покрывались раствором). Также помещают в стакан специальный магнит-цилиндр для перемешивания растворов и ставят стакан на магнитную мешалку. В бюретку наливают щёлочь известной концентрации. Бюретку располагают над стаканом с испытуемым раствором для проведения титрования. Включают кондуктометр и подготавливают его к

работе по инструкции к прибору. Измеряют удельную электропроводность раствора кислоты до начала титрования, а затем измерения проводят после добавления к кислоте каждого миллилитра раствора щелочи. Проводят 34 измерения до точки эквивалентности и 3–4 измерения после нее.

Проводят последовательно титрование сильной кислоты (соляной), слабой кислоты (уксусной) и смеси этих двух кислот сильной щёлочью (гидроксидом натрия). Полученные данные записывают в таблицу:

№ п/п	Количество щёлочи, мл	Удельная электрическая проводимость раствора, $\kappa$ , См·см <sup>-1</sup>
1...		

Строят графики для трёх видов титрования в координатах ( $V$ ) объем щелочи – ( $\kappa$ ) удельная электропроводность, отметив на них точки эквивалентности. Значение на оси абсцисс в точке пересечения соответствует объёму щёлочи, необходимому для нейтрализации кислоты. Зная концентрацию раствора щёлочи, определяют концентрацию анализируемых растворов кислот.

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе.

### Лабораторная работа № 13

#### Определение содержания хлоридов и йодидов в смеси кондуктометрическим титрованием

**Принцип метода.** При титровании смеси хлоридов и йодидов раствором нитрата серебра ( $\text{AgNO}_3$ ) в кислой и нейтральной средах происходит последовательное осаждение  $\text{AgI}$  ( $\text{PP}_{\text{AgI}} = 8,3 \cdot 10^{-17}$ ), затем  $\text{AgCl}$  ( $\text{PP}_{\text{AgCl}} = 1,8 \cdot 10^{-10}$ ). Однако подвижности  $\text{Cl}^-$  и  $\text{I}^-$  близки ( $\lambda_{\infty\text{Cl}^-} = 76,4$ ;  $\lambda_{\infty\text{I}^-} = 78,8$ ), на кривой кондуктометрического титрования наблюдается только один излом, соответствующий суммарному содержанию галогенидов. В присутствии  $\text{NH}_4\text{OH}$  при титровании образуется менее растворимый осадок  $\text{AgI}$ , а в избытке титранта – растворимый комплекс  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ : на кривой кондуктометрического

титрования фиксируется один излом, соответствующий титрованию йодидов. Содержание хлоридов в смеси рассчитывают по разности результатов титрования в нейтральной и аммиачной средах.

**Оборудование:** переносной кондуктометр; колоколообразный платиновый электрод; бюретка для титрования на 25 мл; пипетки; резиновые груши; магнитная мешалка; стеклянные воронки; стаканы на 100-150 мл, универсальная индикаторная бумага.

**Реактивы:** концентрированный раствор  $\text{NH}_4\text{OH}$ ; 0,01 М стандартный раствор  $\text{AgNO}_3$ ; анализируемый раствор – смесь 0,0001М раствора  $\text{KCl}$  и  $\text{KI}$ ; дистиллированная вода.

### *Ход работы*

Для проведения анализа собирают установку для кондуктометрического титрования рис. 14.

В стакан для титрования вносят 40–50 мл анализируемого раствора и примерно 60 мл дистиллированной воды так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электродов, и при непрерывном перемешивании титруют раствором  $\text{AgNO}_3$ . Регистрируют показания прибора после введения каждой порции титранта.

Строят кривую титрования в координатах: удельная электропроводность (или сопротивление) - объём раствора  $\text{AgNO}_3$ . По излому находят объём (V) раствора  $\text{AgNO}_3$ , соответствующий конечной точке титрования суммы хлоридов и йодидов.<sup>3</sup>

Во второй стакан для титрования вносят 20–50 мл анализируемого раствора, 50 мл дистиллированной воды и по каплям добавляют водный раствор аммиака до  $\text{pH} \approx 9$  (контролируют универсальной индикаторной бумагой). Титруют раствором  $\text{AgNO}_3$  при перемешивании. Регистрируют показания прибора после введения каждой порции титранта.

Строят вторую кривую титрования, находят объём ( $V_1$ )  $\text{AgNO}_3$ , соответствующий конечной точке титрования йодидов. Разность объёмов ( $V - V_1$ )

соответствует содержанию хлоридов. Рассчитывают содержание хлоридов и йодидов в анализируемом растворе.

**Методические указания:** После выполнения экспериментальной части оформите результаты работы в рабочей тетради (журнале) и сделайте общий вывод по работе.

### **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) комплексообразования?
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? 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?

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

### а) Основная литература

1. 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>

2. 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]. — URL: <http://www.iprbookshop.ru/91705.html>

### б) Дополнительная литература

1. Митрофанова, В.И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: лаб. практикум. Ч. 1. Очистка вещества. Определение степени чистоты вещества / В. И. Митрофанова; АмГУ, ИФФ. — Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2016. — 56 с. — Режим доступа:

[http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU\\_Edition/7397.pdf](http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/7397.pdf)

2. Митрофанова, В.И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: лаб. практикум. Ч. 2. Качественный анализ / В. И. Митрофанова; АмГУ, ИФФ. - Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2017. — 87 с. — Режим доступа: [http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU\\_Edition/7454.pdf](http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/7454.pdf)

3. 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](http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/9480.pdf).

4. Митрофанова, В.И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: лаб. практикум. Ч. IV-1 — физико-химические методы анализа. / В. И. Митрофанова; АмГУ, ИФФ. — Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2020. — 44 с.



[http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU\\_Edition/11580/pdf](http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/11580/pdf)

5. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ: учебник / М. И. Булатов, А. А. Ганеев, А. И. Дробышев [и др.]; под редакцией Л. Н. Москвина. — Санкт-Петербург: Лань, 2019. — 584 с. — ISBN 978-5-8114-3217-2. — Текст: электронный // Лань: электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/112067>

6. Аналитическая химия. Химический анализ: учебник / И. Г. Зенкевич, С. С. Ермаков, Л. А. Карцова [и др.]; под редакцией Л. Н. Москвина. — Санкт-Петербург: Лань, 2019. — 444 с. — ISBN 978-5-8114-3460-2. — Текст: электронный // Лань: электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/123662/>

7. 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>

8. 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>

9. Белюстин, А.А. Потенциометрия: физико-химические основы и применения [Электронный ресурс]: учебное пособие / А.А. Белюстин. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург: Лань, 2015. — 336 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/60646>.

10. Марукович Е.И. Эмиссионный спектральный анализ [Электронный ресурс] / Марукович Е.И., Непокойчицкий А.Г. — Минск: Белорусская наука, 2013. — 308 с. — Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/29550>.

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. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1: / В.П. Васильев. — М.: Дрофа, 2009. — 368 с.

13. Валова, В.Д. (Копылова), Абесадзе, Л.Т. Физико-химические методы анализа. Практикум. / В.Д. Валова (Копылова), Л.Т. Абесадзе. — М.: ООО «ИТК «Дашков и К<sup>0</sup>», 2009. — 22 с.

14. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 2: Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. — М.: Дрофа, 2009. — 384 с.

15. Харитонов, Юрий Яковлевич. Аналитическая химия (аналитика): В 2 кн.: учеб. для вузов: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1: Общие теоретические основы. Качественный анализ, 2003. — 616 с.

16. Трифонова, А.Н. Аналитическая химия [Электронный ресурс] / А.Н. Трифонова, И.В. Мельситова. — Минск: Вышэйшая школа, 2013. — 160 с.

17. 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.

18. Алыкова, Т.В. Аналитическая химия объектов окружающей среды. Лабораторные работы. Вопросы. Задачи [Текст] / Т.В. Алыкова. — М.: КноРус, 2016. — 196 с.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

### ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОВ АНАЛИЗА

При выполнении лабораторных работ по общей и неорганической химии используются концентрированные кислоты, щелочи, щелочные металлы, токсичные органические вещества. При небрежном отношении к работе возможны несчастные случаи, попадание опасных веществ в глаза и на кожу, ожоги, возникновение пожаров. При работе в химической лаборатории необходимо строго соблюдать требования техники безопасности. Студенты несут ответственность за соблюдение правил поведения в химической лаборатории, техники безопасности при работе с химическими реактивами, посудой, оборудованием.

Все студенты обязаны выполнять **общие правила** поведения в химической лаборатории.

1. В химической лаборатории нельзя находиться в верхней одежде. Студенты должны работать в халатах, волосы должны быть убраны.

2. Во время работы в лаборатории соблюдать чистоту, тишину и порядок, не отвлекать и не мешать выполнять работу другим студентам.

3. Студенты могут находиться в лаборатории только с разрешения преподавателя или лаборанта. Не допускается присутствие в лабораториях посторонних лиц во время проведения работ.

4. Рабочее место должно содержаться в чистоте и порядке, его не следует загромождать бумагами, посудой и реактивами. Запрещается класть на рабочие столы одежду, вещи, сумки и любые посторонние предметы. Нельзя загромождать проходы между рабочими столами.

5. В лаборатории запрещается принимать пищу и напитки, курить.

6. Категорически запрещается пробовать химические реактивы на вкус. Запах соединений определяют, осторожно направляя его пары легким движением руки. Нельзя подносить сосуд к носу и делать глубокий вдох.

7. Нельзя заглядывать в склянки и бутылки сверху, все наблюдения необходимо вести через боковую стенку сосуда.

8. Необходимо следить, чтобы химические реактивы не попали на одежду, кожу. Во время работы нельзя подносить руки к лицу, глазам, волосам.

9. Перед проведением каждой операции необходимо убедиться в исправности посуды и оборудования, правильном выборе химических реактивов.

10. Лабораторные работы выполняются по два человека. Запрещается выполнять химический эксперимент одному.

**Перед началом работы** работающие в химических лабораториях должны изучить методику выполнения лабораторной работы, инструкции к приборам, последовательность выполнения операций. Прослушать текущий инструктаж преподавателя по проведению лабораторной работы.

**Во время работы** студенты должны соблюдать общие правила поведения и работы в химических лабораториях, выполнять требования техники безопасности при работе со щелочными металлами, кислотами и щелочами, нагревательными приборами, стеклянной посудой; меры противопожарной безопасности.

1. Использовать химические реактивы, указанные в лабораторной работе, обращая внимание на формулы веществ, их концентрации и последовательность использования. Запрещается пользоваться реактивами без этикеток или с сомнительными надписями на них.

2. Часть реактивов находится на рабочих столах студентов. Это неопасные вещества, не обладающие токсичным действием – растворы кислот, оснований, солей, твердые соли, простые вещества, индикаторы. Вещества, представляющие опасность находятся в вытяжном шкафу – концентрированные кислоты и щелочи, раствор брома в воде, щелочные металлы, горючие или токсичные вещества.

3. Реактивы, находящиеся в вытяжном шкафу нельзя переносить на рабочее место. Все работы с ними необходимо проводить только в вытяжном шкафу. Возле вытяжного шкафа не следует создавать толчею, мешать друг другу.

4. Реактивы сразу после использования закрывать теми же пробками, сразу ставить на место. Передавать реактивы можно только в закрытом состоянии. Запрещается ходить с реактивами по аудитории.

5. Перед помещением реактивов в пробирку необходимо убедиться в ее чистоте и целостности. Нельзя использовать загрязненную или треснутую посуду.

6. Необходимый объем растворов измеряется мерными пробирками, пипетками или другой мерной посудой. Лишнее количество реактивов нельзя выливать обратно в склянку. Нельзя засасывать реактивы в пипетку ртом, нужно пользоваться резиновой грушей или дозатором.

7. При работе с кислотами следует наливать кислоту в воду. Запрещается наливать воду в кислоту, так как может произойти выброс кислоты вследствие сильного разогревания смеси.

8. При работе со щелочными металлами необходимо соблюдать особую осторожность, не допуская их соприкосновения с водой. Вынимать металлический натрий и калий следует только сухим пинцетом. Щелочные металлы нельзя брать руками. Керосин с поверхности кусочков металла удаляют фильтровальной бумагой. В реакции используют кусочки не больше горошины. Нельзя наклоняться над стаканом во время реакции.

9. Категорически запрещается выбрасывать остатки щелочных металлов в канализацию, урну.

10. В качестве нагревательных приборов используют электрические плитки с закрытой спиралью; водяные бани; спиртовки.

11. Перед зажиганием спиртовки следует убедиться, что она исправна, фитиль вытасчен на нужную высоту, а горловина и держатель фитиля сухие. Если спиртом смочен держатель фитиля и горловина спиртовки, при зажигании может произойти взрыв паров внутри.

12. Спиртовку можно зажигать только спичками, запрещается зажигать одну спиртовку от другой. Гасить спиртовку можно только одним способом – накрывать пламя фитиля колпачком. Нельзя задувать пламя, так как при этом может произойти небольшой взрыв смеси паров спирта с воздухом и горящий спирт выбросится в лицо.

13. Горящую спиртовку нельзя наклонять, перемещать, ходить с ней по аудитории во избежание разлива и загорания спирта.

14. Пробирки, используемые для нагревания должны быть чистыми, сухими и целыми. Пробирка не должна быть наполнена содержимым более чем на треть.

15. Пробирку закрепляют в держалке в верхней части пробирки. Пробирку с содержимым предварительно прогревают во избежание ее растрескивания. Отверстие пробирки при нагревании должно быть направлено в сторону от всех работающих.

**По окончании работы** необходимо:

1. Проверить и привести в порядок рабочее место, приборы и аппараты, вымыть руки.

2. Грязную посуду складывают на специальные противни. Не следует оставлять грязную посуду на рабочем столе.

3. Содержимое пробирок после лабораторной работы сливают в специально отведенные емкости. Нельзя выливать химические реактивы в канализацию.

При возникновении очага возгорания необходимо немедленно сообщить об этом преподавателю.

При загорании твердых горючих веществ (мебель, пол, стены и т. д.) в качестве средств пожаротушения применяют песок, накидки из толстой ткани, огнетушители пенные и порошковые, воду.

При возгорании ЛВЖ и ГЖ (спирт, бензол, и др.) применяют песок, накидки, любые огнетушители.

Для тушения щелочных и щелочноземельных металлов используют сухой песок или порошковые огнетушители. Применять воду, пенные и углекислотные огнетушители нельзя.

Для тушения электроприборов, находящихся под напряжением, применяют накидки, песок, порошковые и углекислотные огнетушители. Нельзя тушить водой и пенными огнетушителями.

Действия при оказании первой помощи:

1. При ожогах химическими веществами, особенно кислотами и щелочами, пораженный участок кожи быстро промывают большим количеством воды, затем на обожженное место накладывают примочку: при ожогах кислотой – из 2%-ного раствора питьевой соды, при ожогах щелочью – из слабого 1–2%-ного раствора уксусной кислоты.

2. При попадании брызг кислоты в глаза их немедленно нужно промыть большим количеством воды и затем 3%-ным раствором питьевой соды. После этого пострадавшего необходимо немедленно доставить в медпункт.

3. При порезах рук стеклом необходимо удалить из раны мелкие осколки, затем промыть раны 2%-ным раствором перманганата калия или спиртом и, смазав йодной настойкой, забинтовать.

4. При воспламенении одежды необходимо загасить огонь на горящем (не бегать!), набросив на него одеяло, халат, пальто и т.д. Погасив огонь, приступить к оказанию первой помощи.

5. Ядовитые вещества могут попасть в организм через пищеварительный тракт, дыхательные пути, иногда через кожу и слизистые оболочки. При всех случаях отравления необходимо доставить пострадавшего в медпункт или вызвать скорую помощь.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

### ИНСТРУКЦИЯ ПОДГОТОВКИ ФОТОМЕТРА КФК-3-01 К РАБОТЕ И ПОРЯДОК РАБОТЫ

#### *I. Подготовка фотометра к работе*

*(осуществляется в автоматическом режиме)*

Подключить фотометр к сети (220 В):

- на нижнем индикаторе отображается надпись «Прогрев прибора» и показания таймера;

- через 5 мин автоматически учитывается «нулевой отсчет» и включается источник излучения; на верхнем индикаторе отображается значение длины волны в нм, на нижнем – надпись «Прогрев лампы» и показания таймера;

- по истечении 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе и на нижнем индикаторе отображается надпись «Готов к работе введите режим».

Фотометр готов к работе.

#### *II. Порядок работы*

(измерение коэффициентов пропускания или оптической плотности)

1. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений длину волны (выбор длины волны устанавливается по оптической плотности путем подбора рабочей длины волны из предлагаемого интервала длин волн по принципу: по раствору с наименьшей концентрацией определяют последовательно в интервале длин волн длину волны, при которой устанавливается наибольшее поглощение световой энергии – большее значение оптической плотности).

2. Проведение спектрального согласования кювет: взять две кюветы с необходимой рабочей длиной и наполнить дистиллированной водой, установить кюветы в кюветное отделение провести измерение коэффициента пропускания по п. 3 – 6. Показания индикатора для обеих кювет не должны отличаться более чем на  $\pm 1\%$ , тогда кюветы считаются спектрально равновесными. Если показания будут отличаться, то следует очистить измерительные кюветы и еще раз провести измерения, либо подобрать другую пару кювет.

3. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» (контрольным раствором) и исследуемым раствором. Кювета с «холостой пробой» устанавливается в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювета с исследуемым раствором – в ближнее гнездо. Закрывать крышку кюветного отделения.

4. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левой положение, При этом в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой».

5. Клавишей выбора режима «D» («C») выбрать режим измерения – «т – КОЭФФИЦИЕНТ ПРОПУСКАНИЯ, А – ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ».

Нажать клавишу «#». На нижнем индикаторе на верхней строке должно отобразиться «ГРАДУИРОВКА», через 3 – 6 с. данная надпись исчезает и вместо нее отображается «ИЗМЕРЕНИЕ», на нижней строке « $t = 100,0 \pm 0,2\%$ » (« $A = 0,000 \pm 0,002$ »). Если значение «100» («0,000») отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».

6. Ручку кювет установить вправо до упора. При этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На нижнем индикаторе отображается значение коэффициента пропускания в % (оптической плотности) исследуемого раствора. Операции по п. 3 – 5 повторить три раза. Значение коэффициента пропускания (оптической плотности) исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

7. При проведении измерений серии стандартных растворов кювета с «холостой пробой» (дистиллированной водой) остается постоянно на своем месте до окончания измерений. По окончании измерений извлечь кюветы из кюветного отделения, закрыть крышку отделения и затем выключить прибор, нажав тумблер «СЕТЬ».

### ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ТАБЛИЦА ДЛИН ВОЛН ВИДИМОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА И  
СООТВЕТСТВУЮЩИЕ ИМ ЦВЕТА РАСТВОРОВ И СВЕТОФИЛЬТРОВ

Цвет раствора	Цвет светофильтра	Интервал длин волн, поглощаемый раствором, нм
желто – зеленый	фиолетовый	380 – 420
желтый	синий	420 – 440
оранжевый	голубой	440 – 470
пурпурный	голубовато-зеленый	470 – 500
фиолетовый	желто-зеленый	520 – 550
синий	желтый	550 – 580
голубой	оранжевый	580 – 620
голубовато-зеленый	красный	620 – 680
зеленый	пурпурный	680 – 780

## ПРИЛОЖЕНИЕ 4

### ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ КОНСТАНТЫ НЕКОТОРЫХ ОРГАНИЧЕСКХ ВЕЩЕСТВ

Вещество	$\rho$ (г/см <sup>3</sup> )	$n_D$	Вещество	$\rho$ (г/см <sup>3</sup> )	$n_D$
Глицерин	1,258	1,4735	Этиловый спирт	0,7890	1,3620
Этиленгликоль	1,110	1,4305	Трет-бутиловый спирт	0,7890	1,3878
Бензол	0,874 <sup>20</sup>	1,5011 <sup>20</sup>	Амиловый спирт	0,814 <sup>20</sup>	1,4104 <sup>20</sup>
о-ксилол	0,880	1,5055	Бензиловый спирт	1,0450	1,5390
п-ксилол	0,861	1,4958	Бутиловый спирт	0,810 <sup>20</sup>	1,3973
м-ксилол	0,864	1,4972	Гексиловый спирт	0,8150	1,4158
Гексан	0,655	1,3723	Изоамиловый спирт	0,8090	1,4053 <sup>20</sup>
Гептан	0,679	1,3851	Изопропиловый спирт	0,7810	1,3747
Декан	0,730 <sup>20</sup>	1,4097	Хлорметан (хлористый метил)	0,992*	-
Нонан	0,718 <sup>20</sup>	1,4054 <sup>20</sup>	Дихлорметан	1,33	1,4242
Октан	0,702	1,3951	Хлороформ	1,4892	1,4456
Пентан	0,626 <sup>20</sup>	1,3575 <sup>20</sup>	Четыреххлористый углерод	1,584	1,4607 <sup>20</sup>

- Все характеристики относятся к 25 °С, другие температуры (°С) указаны верхним индексом

\* При температуре кипения



## ПРИЛОЖЕНИЕ 5

### ПОКАЗАТЕЛИ ПРЕЛОМЛЕНИЯ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ САХАРОЗЫ

Массовая доля сахарозы, %	$n_D^{20}$	Массовая доля сахарозы, %	$n_D^{20}$
0	1,3330	42	1,4036
2	1,3359	44	1,4076
4	1,3388	46	1,4117
6	1,3417	48	1,4151
8	1,3448	50	1,4200
10	1,3478	52	1,4242
12	1,3509	54	1,4285
14	1,3541	56	1,4329
16	1,3573	58	1,4373
18	1,3605	60	1,4418
20	1,3638	62	1,4464
22	1,3672	64	1,4509
24	1,3706	66	1,4555
26	1,3740	68	1,4608
28	1,3775	70	1,4651
30	1,3811	72	1,4700
32	1,3847	74	1,4749
34	1,3883	76	1,4799
36	1,3920	78	1,4850
38	1,3958	80	1,4901
40	1,3997	82	1,4954

## ПРИЛОЖЕНИЕ 6

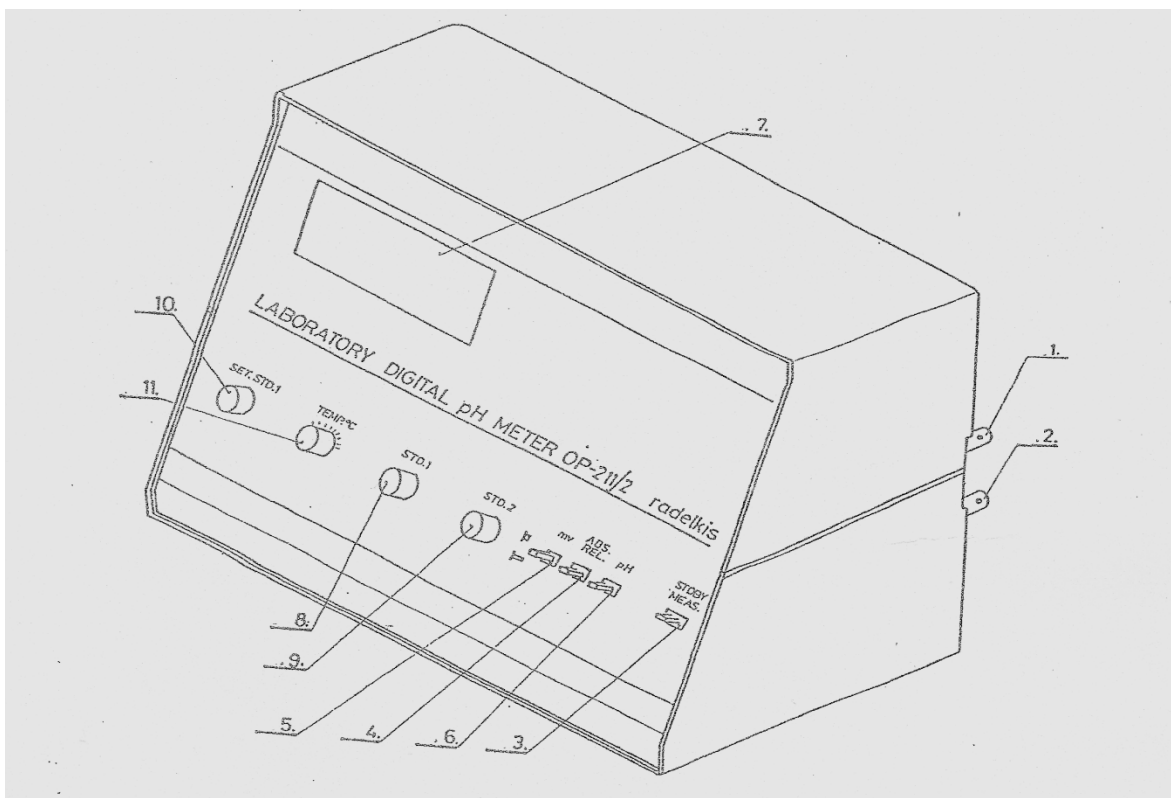
### ПОКАЗАТЕЛИ ПРЕЛОМЛЕНИЯ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

n <sup>20</sup> <sub>D</sub>	Массовая доля растворов, %		
	глюкозы	CaCl <sub>2</sub> •6H <sub>2</sub> O	NaCl
1,3340	0,70	0,85	0,60
1,3350	1,40	1,71	1,20
1,3360	2,10	2,56	1,76
1,3370	2,80	3,42	2,32
1,3380	3,50	4,28	2,91
1,3390	4,20	5,15	3,52
1,3400	4,90	6,00	4,15
1,3410	5,60	6,90	4,77
1,3420	6,30	7,79	5,37
1,3430	7,00	8,65	6,00
1,3440	7,70	9,50	6,63
1,3450	8,40	10,40	7,20
1,3460	9,10	11,20	7,82
1,3470	9,80	12,10	8,45
1,3480	10,50	13,00	10,00
1,3490	11,20	13,90	9,67
1,3500	11,90	14,78	10,30
1,3510	12,60	15,67	11,00
1,3520	13,30	16,57	11,65
1,3530	14,00	17,45	12,30
1,3540	14,70	18,36	13,00

## ПРИЛОЖЕНИЕ 7

### ИНСТРУКЦИЯ ПОДГОТОВКИ ПРИБОРА ТИПА ОР-211/2 radelkis К РАБОТЕ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ pH И ПОРЯДОК РАБОТЫ (потенциометр – pH-метр)

#### *I. Основные органы обслуживания и узлы, находящиеся на передней панели аппарата*



1. Штепсельное гнездо индикаторного электрода «S».
2. Штепсельное гнездо электрода сравнения «R».
3. Кнопка «STDBY/MEAS».
4. Кнопка выбора измерения мВ «ABS/REL».
5. Кнопка режима работы мВ «mV».
6. Кнопка выбора режима работа для измерения pH «pH».
7. Цифровой дисплей.
8. Ручка для согласования «STD1».
9. Ручка для согласования «STD2».
10. Ручка для согласования «SETSTD1».
11. Ручка для установки температуры «TEMP».

## ***II. Согласование аппарата с измерительной ячейкой при измерении рН.***

1. Подключить аппарат к электросети (220 В) с помощью электрического шнура.
2. Подготовить в двух химических стаканах на 100 мл два таких буферных раствора с известным значением рН, величины которых охватывают предполагаемую величину рН пробы. Значение первого раствора должно находиться в пределах 4,8 – 8,4 рН.
3. Опускают оба электрода – рН-чувствительный стеклянный и каломельный в первый буферный раствор, следя за тем, чтобы мениск жидкости находился над диафрагмой (керамическим фильтром).
4. Ручку аппарата «TEMP» устанавливают на величину, соответствующую температуре согласующих буферных растворов.
5. Проверяют, находится ли кнопка «STDBY/MEAS» в нажатом состоянии (положение STDBY) и нажимают кнопку «рН».
6. С помощью ручки «SETSTD1» устанавливают на цифровом дисплее величину, соответствующую точному значению рН первого буферного раствора.
7. Затем отпускают кнопку «STDBY/MEAS» ее повторным нажатием (положение MEAS) и ручкой «STD1» вновь устанавливают цифровой дисплей на величину первого буферного раствора. Установку следует выполнять не немедленно, а после того, как показываемая дисплеем величина практически уже не меняется (примерно через 0,5 – 1 мин). Нажимают кнопку «STDBY/MEAS» (положение «STDBY»).
8. Извлекают электроды, промывают в дистиллированной воде и промокают мягкой фильтровальной бумагой.
9. Погружают электроды во второй буферный раствор, отпускают кнопку «STDBY/MEAS». С помощью ручки «STD2» устанавливают на цифровом дисплее значение, соответствующее величине рН второго согласующего буферного раствора. Соблюдают всю последовательность процедур как в п. 7. Нажимают кнопку «STDBY/MEAS» (положение STDBY). При этом на дисплее появляется величина рН первого согласующего буферного раствора. После повторного нажатия кнопки «STDBY/MEAS» проверяют согласование со вторым буферным раствором. При отклонении установленного значения доводят величину до необходимого значения второго буферного раствора. Затем Нажатием кнопки «STDBY/MEAS» переводят аппарат в положение «STDBY».
10. На этом согласование можно считать законченным, электроды извлекают, промывают в дистиллированной воде и промокают мягкой фильтровальной бумагой.

## ***III. Проведение процедуры измерения рН исследуемых растворов.***

1. После проведения согласования, описанного в части I, погружают электроды в исследуемый раствор, отпускают кнопку «STDBY/MEAS» (положение «MEAS»). Выжидают, пока показываемая величина стабилизируется (30 – 60 сек) и лишь после этого записывают результат.
2. Нажимают кнопку «STDBY/MEAS» (положение «STDBY») – кнопка «утоплена», извлекают электроды из измеряемого раствора, ополаскивают в дистиллированной воде и высушивают фильтровальной бумагой.
3. За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 рН.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 8

### ИНСТРУКЦИЯ ПОДГОТОВКИ ПРИБОРА ТИПА АНИОН 4100 К РАБОТЕ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ pH И ПОРЯДОК РАБОТЫ (pH-метрия)



#### «Порядок работы с потенциометром (pH-метром) Анион 4100».

##### 1. Назначение прибора.

Прибор предназначен для определения уровня pH водных растворов. В основу измерений положена прямая потенциметрия - измерение значения электродвижущей силы (ЭДС) гальванического элемента специального электрода и преобразование ее в значения pH 1. Порядок работы.

##### 2. Измерение pH на pH-метре Анион 4100.

- Подсоедините стеклянный комбинированный электрод, температурный датчик, сетевой адаптер в соответствии со схемой на стр. 3 «Руководства по эксплуатации» pH-метра Анион 4100.
- Включите адаптер в сеть 220V;
- Включите прибор краткосрочным нажатием кнопки ВКЛ/ВЫКЛ, после демонстрации заставки прибор автоматически переходит в экран Измерений (в экране измерений маркер должен быть установлен нажатием клавишей «вверх»/«вниз» на параметр pH, затем нажатием клавиши Ввод);
- Проверьте правильную работу прибора: опустите электрод и температурный датчик в образцовый буферный раствор 2-го разряда, через 60 сек считайте значение pH (стабильное значение pH должно быть помечено маркером): абсолютная погрешность измеренного значения не должна превышать  $\pm 0,05$  ед.pH.
- Промойте электрод и температурный датчик дистиллированной водой, промокните их фильтровальной бумагой перед каждым измерением.

- Опустите рН-электрод и температурный датчик в измеряемый раствор, через 60 сек считайте значение рН (стабильное значение рН должно быть помечено маркером)
  - Выключите прибор краткосрочным нажатием кнопки ВКЛ/ВЫКЛ.
3. Градуировка рН-метра Анион 4100.  
Градуировка прибора производится не реже 1 раза в месяц, а также для увеличения точности измерений.

- Подготовьте не менее 2-х образцовых буферных растворов 2-го разряда в соответствии с их «Инструкцией по применению».
- Выберите режим ГРАДУИРОВКА. Прибор предложит список значений рН стандартных растворов.
- Выберите маркером 1-е значение рН и нажмите ВВОД.
- Поместите электрод и температурный датчик в 1-й градуировочный раствор, установите маркер на позицию Град. И нажмите клавишу ВВОД.
- Аналогичные действия повторите со 2-м градуировочным раствором.

#### 4. Эксплуатация стеклянного комбинированного электрода.

- Перед началом измерений заливочное отверстие следует открыть.
- Глубина погружения в раствор при измерении рН должна быть не менее 16 мм.
- Уровень электролита в электроде при измерениях должен быть выше уровня анализируемого раствора.
- Между измерениями электрод храните с закрытым заливочным отверстием в дистиллированной воде.

#### 5. Обслуживание, ремонт, поверка.

Прибор должен содержаться в чистоте и защищаться от механических повреждений. В случае повреждения прибора работник, обнаруживший это, обязан сделать запись с указанием даты и расписаться в «Регистрационной карточке на прибор». Неработающий прибор следует обеспечить этикеткой с надписью «Прибор не исправен (дата, подпись)»

Ремонт прибора выполняет фирма-производитель или др. уполномоченная организация. Проведение ремонта подтверждается записью в соответствующем разделе «Регистрационной карточки на прибор».

Поверка рН-метра проводится один раз в год органом Государственной метрологической службы, которая выдает свидетельство о поверке прибора. Проведение поверки подтверждается записью в соответствующем разделе «Регистрационной карточки на прибор».

## ПРИЛОЖЕНИЕ 9

### ЗНАЧЕНИЯ pH (pOH) ПОКАЗАТЕЛЕЙ И КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ ВОДОРОДА И ГИДРОКСИД-ИОНОВ

pH(OH)	[H <sup>+</sup> ]; [OH <sup>-</sup> ]	pH(OH)	[H <sup>+</sup> ]; [OH <sup>-</sup> ]	pH(OH)	[H <sup>+</sup> ]; [OH <sup>-</sup> ]
0	1,0	5,2	6,3 10 <sup>-6</sup>	10,2	6,3 10 <sup>-11</sup>
0,2	6,3 10 <sup>-1</sup>	5,4	4,0 10 <sup>-6</sup>	10,4	4,0 10 <sup>-11</sup>
0,4	4,0 10 <sup>-1</sup>	5,6	2,5 10 <sup>-6</sup>	10,6	2,5 10 <sup>-11</sup>
0,6	2,5 10 <sup>-1</sup>	5,8	1,6 10 <sup>-6</sup>	10,8	1,6 10 <sup>-11</sup>
0,8	1,6 10 <sup>-1</sup>	6,0	1,0 10 <sup>-6</sup>	11,0	1,0 10 <sup>-11</sup>
1,0	1,0 10 <sup>-1</sup>	6,2	6,3 10 <sup>-7</sup>	11,2	6,3 10 <sup>-12</sup>
1,2	6,3 10 <sup>-2</sup>	6,4	4,0 10 <sup>-7</sup>	11,4	4,0 10 <sup>-12</sup>
1,4	4,0 10 <sup>-2</sup>	6,6	2,5 10 <sup>-7</sup>	11,6	2,5 10 <sup>-12</sup>
1,6	2,5 10 <sup>-2</sup>	6,8	1,6 10 <sup>-7</sup>	11,8	1,6 10 <sup>-12</sup>
1,8	1,6 10 <sup>-2</sup>	7,0	1,0 10 <sup>-7</sup>	12,0	1,0 10 <sup>-12</sup>
2,0	1,0 10 <sup>-2</sup>	7,2	6,3 10 <sup>-8</sup>	12,2	6,3 10 <sup>-13</sup>
2,2	6,3 10 <sup>-3</sup>	7,4	4,0 10 <sup>-8</sup>	12,4	4,0 10 <sup>-13</sup>
2,4	4,0 10 <sup>-3</sup>	7,6	2,5 10 <sup>-8</sup>	12,6	2,5 10 <sup>-13</sup>
2,6	2,5 10 <sup>-3</sup>	7,8	1,6 10 <sup>-8</sup>	12,8	1,6 10 <sup>-13</sup>
2,8	1,6 10 <sup>-3</sup>	8,0	1,0 10 <sup>-8</sup>	13,0	1,0 10 <sup>-13</sup>
3,0	1,0 10 <sup>-3</sup>	8,2	6,3 10 <sup>-9</sup>	13,2	6,3 10 <sup>-14</sup>
3,2	6,3 10 <sup>-4</sup>	8,4	4,0 10 <sup>-9</sup>	13,4	4,0 10 <sup>-14</sup>
3,4	4,0 10 <sup>-4</sup>	8,6	2,5 10 <sup>-9</sup>	13,6	2,5 10 <sup>-14</sup>
3,6	2,5 10 <sup>-4</sup>	8,8	1,6 10 <sup>-9</sup>	13,8	1,6 10 <sup>-14</sup>
3,8	1,6 10 <sup>-4</sup>	9,0	1,0 10 <sup>-9</sup>	14,0	1,0 10 <sup>-14</sup>
4,0	1,0 10 <sup>-4</sup>	9,2	6,3 10 <sup>-10</sup>		
4,2	6,3 10 <sup>-5</sup>	9,4	4,0 10 <sup>-10</sup>		
4,4	4,0 10 <sup>-5</sup>	9,6	2,5 10 <sup>-10</sup>		
4,6	2,5 10 <sup>-5</sup>	9,8	1,6 10 <sup>-10</sup>		
4,8	1,6 10 <sup>-5</sup>	10,0	1,0 10 <sup>-10</sup>		
5,0	1,0 10 <sup>-5</sup>				

При 10 °С pH дистиллированной воды – 7,22; при 22 °С – 7,00; при 30 °С – 6,86.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 10

### ИНСТРУКЦИЯ ПОДГОТОВКИ ПРИБОРА ТИПА АНИОН 4100 ДЛЯ КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ К РАБОТЕ И ПОРЯДОК РАБОТЫ

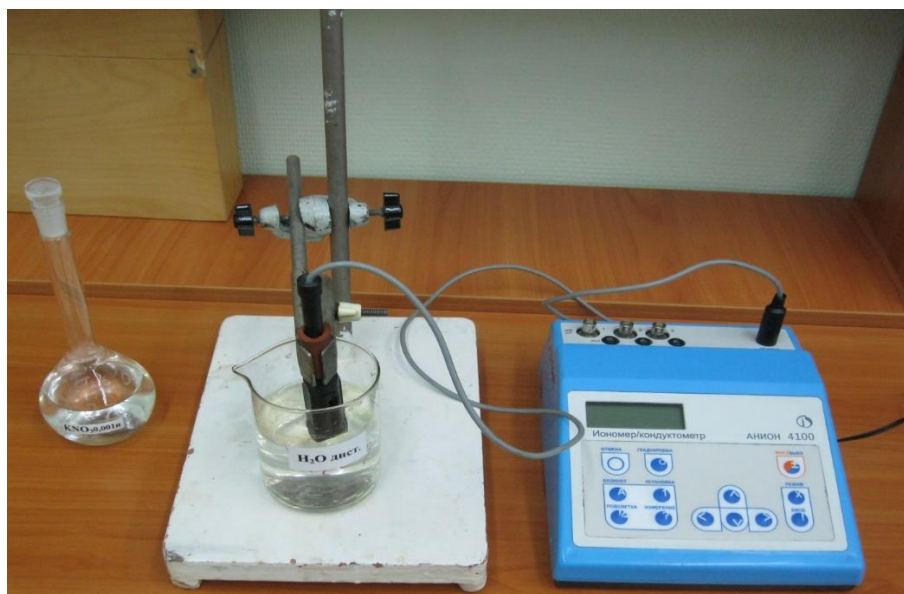


Рис.1. Фото установки для кондуктометрии на приборе АНИОН 4100

Внешний вид и подсоединение принадлежностей

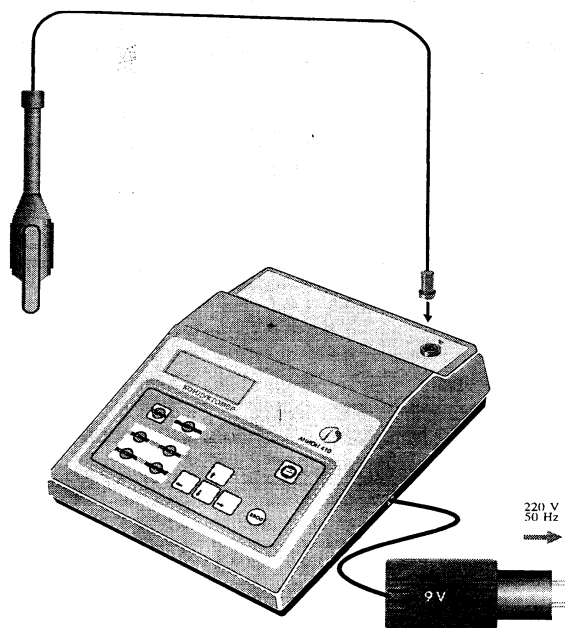


Рис. 2. Внешний вид кондуктометра: 1 – корпус прибора; 2 – датчик ДКВ-1 (кондуктометрическая ячейка); 3 – разъём подключения датчика; 4 – клавиатура управления; 5 – экран «измерение»



**«Порядок работы с потенциометром Анион 4100  
в режиме кондуктометрических измерений».**

В основу измерения удельной электрической проводимости (УЭП) растворов положен принцип измерения проводимости раствора в ячейке Кольрауша и автоматического умножения результатов измерений на постоянную ячейки:  $\mathcal{Y} = K \times G$ , где  $\mathcal{Y}$  – удельная электрическая проводимость, мСм/см;  $K$  – константа датчика;  $G$  – проводимость раствора.

Перед началом измерений подготовить рабочее место, дистиллированную воду, чистые стаканы, фильтровальную бумагу и анализируемые растворы.

Последовательность измерения:

1. Погрузить датчик в анализируемый раствор так, чтобы полностью закрыть кондуктометрическую ячейку, а расстояние между корпусом датчика и стенками сосуда было не менее 1 см.

2. Подключить датчик к разъёму на приборе; включить адаптер в сеть 220 В; прогреть 2–3 минуты; нажать и отпустить клавишу ВКЛ/ВЫКЛ (рис. 3). С помощью клавиш «←», «→» установить маркер (тёмный прямоугольник на экране «измерение») в позицию «УЭП» и нажать клавишу «ВВОД». С экрана «измерение» снять значение удельной электропроводности  $\mathcal{Y}$  и температуры, при которой проводились замеры.

Клавиатура

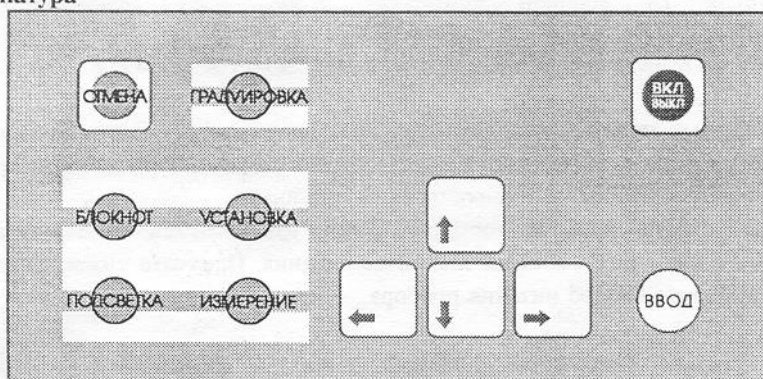


Рис. 3. Клавиатура кондуктометра

3. Перевести маркер в позицию «NaCl» (общее солесодержание), нажать клавишу «ВВОД». С экрана «измерение» снять значение общего солесодержания  $C$ , мг/л.

4. После окончания измерения нажать клавишу ВКЛ/ВЫКЛ, датчик вынуть из раствора и тщательно промыть дистиллированной водой и высушить фильтровальной бумагой.

Для обеспечения достоверности и точности измерений необходимо содержать в чистоте датчик ДКВ-1. Обязательно промывать датчик дистиллированной водой как перед измерениями, так и при переносе из одного раствора в другой (особенно в случае перехода от более концентрированных растворов к менее концентрированным). После промывки водой рекомендуется осушать датчик фильтровальной бумагой.

**Валентина Ивановна Митрофанова,**  
*Доцент кафедры химии и химической технологии АмГУ, канд. хим. наук*

**Аналитическая химия. Лабораторный практикум. Часть IV-2 физико-химические методы анализа.**

Изд-во АмГУ. Подписано к печати. Формат 60x84/16. Усл. печ. л. 5,11

Тираж 50. Заказ