

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

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Методические указания для лабораторных работ (часть 2)
для студентов направления подготовки
18.03.01 «Химическая технология»



Благовещенск

2022

ББК 24.4 я 73
М60

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

Аналитическая химия. Методические указания для лабораторных работ (часть 2). / сост. В. И. Митрофанова, Амур. гос. ун-т. - Благовещенск : АмГУ 2022. – 63 с.

Данное пособие представляет собой методическое руководство для подготовки к лабораторным работам по дисциплине «Аналитическая химия» для студентов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология».

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

Представляемые рекомендации для подготовки и выполнения лабораторных работ направлены на закрепление тех знаний, которые были получены на аудиторных занятиях, а также развитие у студентов навыков проведения лабораторного эксперимента, в том числе навыков исследовательской работы.

© Амурский государственный университет, 2022

© Митрофанова В.И., составитель

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| Введение..... | 4 |
| Примерная тематика лабораторных работ..... | 7 |
| Методические рекомендации для подготовки к выполнению лабораторных работ..... | 9 |
| Примерный перечень вопросов для допуска/защиты лабораторных работ..... | 13 |
| Основные безопасные правила работы в аналитической лаборатории и внутренний распорядок..... | 20 |
| Выполнение лабораторных работ..... | 25 |
| Рекомендуемые литературные источники..... | 59 |

ВВЕДЕНИЕ

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

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

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

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

- формирование обобщенных приемов исследовательской деятельности;
- развитие навыков обращения с различными веществами, приборами и оборудованием при выполнении лабораторного эксперимента;
- формирование умений использовать полученные знания по аналити-

ческой химии в прикладной области своей деятельности.

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

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

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

Знать: природу и сущность явлений, процессов в различных химических системах, лежащих в основе химических и физико-химических методов анализа; специфичность аналитического сигнала и особенности его измерения в различных методах анализа; основы количественного анализа (титриметрии и гравиметрии) - специфические реакции, действия групповых реагентов по кислотно-основной классификации, стадии гравиметрического определения; основные этапы количественного анализа; 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 количественный анализ химическими и физико-химическими методами на основе измерения величины аналитического сигнала; проводить количественный анализ органического или неорганического соединения

с использованием физико-химических методов анализа; выполнять анализ некоторых промышленных и природных объектов на основе самостоятельного выбора схемы анализа и методики его проведения; выбирать метод анализа для заданной аналитической задачи и провести статистическую обработку результатов аналитических определений; оформлять результаты анализа с учетом метрологических характеристик; планировать и проводить физико-химический эксперимент.

Владеть: навыками приготовления растворов заданной концентрации различными способами (по точной навеске, из стандарт-титра, разбавлением); навыками грави- и титриметрического анализа; 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.

ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА ЛАБОРАТОРНЫХ И ПРАКТИЧЕСКИХ ЗАНЯТИЙ

Примерная тематика лабораторных работ (3 семестр)

| № п/п | Тема занятия | Форма отчетности и контроля* | Количество акад. час. |
|-------|---|------------------------------|-----------------------|
| 1 | Правила техники безопасности при проведении лабораторных исследований в аналитических лабораториях. Противопожарная безопасность. Лабораторная работа № 1. Гравиметрический анализ. Определение бария в хлориде бария. | ЗЛР (ОЛР) | 6 |
| 2 | Лабораторная работа № 2. Гравиметрический анализ. Определение содержания железа (III) в растворе его соли | ЗЛР (ОЛР) | при наличии времени |
| 3 | Лабораторная работа № 3. Титриметрический анализ. Кислотно-основное титрование. Определение нормальности щелочи по щавелевой кислоте. | ЗЛР (ОЛР) | 2 |
| 4 | Лабораторная работа № 4. Титриметрический анализ. Кислотно-основное титрование. Определение содержания карбоната натрия в растворе методом кислотно-основного титрования. Терминологический диктант (ТД) | ЗЛР (ОЛР) ТД | 4 |
| 5 | Лабораторная работа № 5. Титриметрический анализ. Комплексонометрическое титрование. Определение содержания кальция, магния и общей жесткости воды. | ЗЛР (ОЛР) | 4 |
| 6 | Лабораторная работа № 6. Титриметрический анализ. Осадительное титрование. Определение процентного содержания галогенид-ионов (метод Мора, аргентометрия). | ЗЛР (ОЛР) | 2 |
| 7 | Лабораторная работа № 7. Титриметрический анализ. Окислительно-восстановительное титрование. Определение содержания железа (III) в соли Мора (перманганатометрия). | ЗЛР (ОЛР) | 2 |
| 8 | Контрольная лабораторная работа с использованием метода титриметрического анализа по методикам нормативных документов (по заданию преподавателя) № 1. | КЛР (отчет) | 3 |
| 9 | Лабораторная работа № 8. Методы разделения. Экстракция. | ЗЛР (ОЛР) | при наличии времени |

| | | | |
|----|---|-------------------------------|---|
| | Разделение смеси катионов Cu(II), Zn(II), Mg(II), Mn(II), Al(III). | | |
| 10 | Лабораторная работа № 9-10. Хроматографические методы анализа. 1) Разделение и обнаружение катионов методом одномерной бумажной хроматографии. 2) Определение меди в растворе сульфата меди методом колоночной ионообменной хроматографии. ТД, ТЕСТ | ЗЛР (ОЛР) ТД, Т | 2 |
| 11 | Лабораторная работа № 11. <i>Спектральные методы анализа. Фотоэлектроколориметрический анализ.</i> Определение содержания железа с сульфосалициловой кислотой. | ЗЛР (ОЛР) | 2 |
| 12 | Лабораторная работа № 11. <i>Спектральные методы анализа. Фотоэлектроколориметрический анализ.</i> Определение нитритов с реактивом Грисса. | ЗЛР (ОЛР) | 2 |
| 13 | Контрольная лабораторная работа № 2 (с использованием фотоэлектроколориметрического анализа по методикам нормативных документов по заданию преподавателя). | КЛР (отчет) | 4 |
| 14 | Лабораторная работа № 13. Рефрактометрический анализ. а) Определение показателя преломления и концентрации растворенного вещества в растворах сахарозы (глюкозы или другого сахара). б) Определение коэффициента преломления органических растворителей и его зависимости от плотности. ТД | ЗЛР (ОЛР) ТД | 2 |
| 15 | Контрольная лабораторная работа № 3 (с использованием рефрактометрического анализа по методикам нормативных документов по заданию преподавателя). | КЛР (отчет) | 4 |
| 15 | Лабораторная работа № 14. <i>Потенциометрия (рН-метрия).</i> Определение водородного показателя и степени гидролиза солей потенциометрическим методом. | ЗЛР (ОЛР) | 3 |
| 17 | Лабораторная работа № 15. <i>Кондуктометрическое титрование.</i> Кондуктометрическое титрование сильной кислоты, слабой кислоты, смеси сильной и слабой кислот сильной щёлочью. Тест «Электрохимические методы анализа». | ЗЛР (ОЛР) Т | 4 |
| 18 | Контрольная лабораторная работа № 4 (с использованием методов потенциометрического или кондуктометрического анализа по методикам нормативных документов по заданию преподавателя). | КЛР (отчет) | 4 |

*Сокращенные обозначения: Т – тест; КР – контрольная работа; ТД – терминологический диктант; ЗЛР (ОЛР) – защита лабораторной работы и отчет по лабораторной работе; СБ – собеседование.

РЕКОМЕНДАЦИИ

ДЛЯ ПОДГОТОВКИ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

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

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

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

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

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

подготовке курсовых и других видов 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.

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

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

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

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

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

Студенты, пропустившие лабораторную работу обязаны ее отработать и сдать отчет.

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

ПРИМЕРНЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ ВОПРОСОВ ДЛЯ ДОПУСКА/ЗАЩИТЫ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

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

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

Раздел: Гравиметрический анализ.

Темы:

- 1) Определение содержания бария в хлориде бария.
- 2) Определение содержания железа (III) в растворе его соли.
- 3) Определение содержания салициловой кислоты.

Вопросы для контроля знаний:

1. Сущность гравиметрического анализа и его классификация. Перечислите основные достоинства и недостатки метода.
2. Охарактеризуйте метод осаждения. Какие существуют требования к осаждаемой и гравиметрической формам вещества?
3. Основные требования к выбору осадителя?
4. Что такое гравиметрический фактор и как его рассчитать?
5. На какие виды классифицируются осадки?
6. Чем отличаются условия осаждения кристаллических осадков от аморфных?
7. Поясните влияние одноименных ионов на растворимость осадка.
8. В чем особенность кристаллического осадка сульфата бария?
9. Какие и для чего в процессе фильтрования и промывания осадка сульфата бария проводятся проверочные пробы?
10. Для чего проводятся сушка, озоление и прокаливание осадков?

11. При какой температуре проводится озоление осадка сульфата бария?
12. Какой осадитель используется при получении осадка гидроксида железа (III)?
13. Поясните характер осадка гидроксида железа (III)?
14. При какой температуре проводится прокаливание осадка гидроксида железа (III) в муфельной печи?
15. Чем отличается осаждаемая и весовая формы гидроксида железа (III)?
16. Приведите формулы расчета абсолютной и относительной ошибок при расчете в гравиметрическом анализе?

Раздел: Титриметрический анализ.

Кислотно-основное титрование.

Темы:

- 1) Определение нормальности щелочи по щавелевой кислоте.
- 2) Определение содержания карбоната натрия в растворе.

Вопросы для контроля знаний:

1. Какие стандартные растворы и индикаторы применяют при титровании в кислотно-основном методе (методе нейтрализации)?
2. Как готовят стандартные растворы кислот и оснований?
3. Как определить нормальность раствора едкой щелочи?
4. Почему применяют часто х. ч. буру (тетраборат натрия) при определении нормальности кислот?
5. Какие способы приготовления первичных стандартных растворов вы знаете? Примеры первичных стандартных растворов, используемых в кислотно-основном титровании.
6. Что такое прямое титрование?
7. В чем сущность обратного титрования?
8. В каких координатах строят кривые кислотно-основного титрования?
9. Что такое вторичные стандартные растворы? Примеры вторичных стандартных растворов, используемых в кислотно-основном титровании.

10. Как определить молярность раствора по его концентрации в процентах и по его плотности?

11. Особенности подготовки бюретки к титрованию.

12. Для чего титрование проводится в нескольких повторностях?

13. Какие способы приготовления растворов с точной концентрацией предложены при определении карбоната натрия?

Комплексонометрическое титрование.

Темы:

1) Определение содержания кальция, магния и общей жесткости воды.

2) Определение содержания никеля в растворе.

Вопросы для контроля знаний:

1. Что такое комплексоны и для чего они применяются?

2. В чем заключается метод определения общей жесткости воды с помощью комплексона III? Какое значение при этом имеет величина рН раствора?

3. Какими свойствами обладают индикаторы, применяющиеся в комплексонометрии?

4. В чем особенность определения общей жесткости в выполненной лабораторной работе?

5. Каким образом создается заданная среда при определении магния?

6. Какое значение общей жесткости является нормативным?

7. Какие показатели общей жесткости классифицируют питьевые воды на мягкие, средней жесткости и жесткие?

8. Поясните схемы реакций при определении кальция и магния с хромоформными индикаторами и титрантом трилоном Б.

Осадительное титрование.

Темы:

1) Определение процентного содержания хлоридов (метод аргентометрии).

2) Определение хлорид-ионов в сточных водах методом Фольгарда.

Вопросы для контроля знаний:

1. Соблюдение каких условий необходимо для того, чтобы та или иная реакция осаждения могла быть использована в титриметрическом анализе?
2. Какие стандартные растворы и индикаторы применяют при титровании методом аргентометрии?
3. Какие вещества можно анализировать методом аргентометрии?
4. В каких случаях содержание хлорида нельзя определять методом аргентометрии?
5. Что значит «выразить титр раствора AgNO_3 по NaCl »?
6. Каков порядок титрования при определении серебра по методу Мора?
7. В чем сущность роданометрического метода определения серебра? Что является индикатором в этом методе? Почему роданометрическое титрование ведут в кислой среде?
8. Какие осложнения вносят явления адсорбции в титрование по методу осаждения?

Окислительно-восстановительное титрование (метод нейтрализации).

Темы:

- 1) Определение процентного содержания нитритаэ
- 2) Определение содержания железа (II) в растворе соли Мора.

Вопросы для контроля знаний:

1. Какие способы фиксирования конечной точки титрования можно использовать при выполнении лабораторных работ по окислительно-восстановительному титрованию?
2. Приведите примеры первичных и вторичных стандартных растворов в перманганатометрии, укажите их факторы эквивалентности и напишите соответствующие полуреакции.
3. Приведите примеры вспомогательных растворов в перманганатометрии и иодометрии, укажите их роль.

4. Приведите примеры первичных и вторичных стандартных растворов в иодометрии, укажите их факторы эквивалентности и напишите соответствующие полуреакции.

5. Приведите примеры вспомогательных растворов в иодометрии, укажите их роль.

6. Почему при проведении иодометрических определений необходимо избегать действия света и температуры?

7. Как определяют фактор эквивалентности и молярную массу эквивалента в окислительно-восстановительном титровании?

Раздел. Физико-химические методы анализа.

Методы разделения.

Экстракция.

Темы:

- 1) Разделение смеси катионов Cu(II), Zn(II), Mg(II), Mn(II), Al(III).
- 2) Экстракция йода из водного раствора органическими растворителями.

Вопросы для контроля знаний:

1. Что такое экстракция?
2. Что такое экстрагент, экстракт, разбавитель?
3. При каких условиях возможно экстракционное разделение веществ?
4. Каковы основные приемы проведения экстракции?

Хроматографические методы анализа.

1.1 Одномерная бумажная (плоскостная) хроматография.

Темы:

- 1) Разделение и обнаружение катионов методом одномерной бумажной хроматографии.
- 2) Разделение смеси аминокислот методом бумажной хроматографии.

Вопросы для контроля знаний:

1. Каковы преимущества двумерной хроматографии перед одномерной бумажной или ТСХ?
2. Как идентифицировать пятна органических соединений в методе ТСХ?

3. Как выполняют количественный анализ в методе ТСХ?
4. Как определяют R_f в методе БХ и ТСХ? От чего зависит величина R_f и какие условия нужно поддерживать постоянными при проведении эксперимента?
5. Как можно определить концентрации компонентов смеси после разделения методом БХ или ТСХ?
6. Как выполняется качественный анализ с помощью плоскостных вариантов хроматографии – БХ и ТСХ?
7. Какими способами проба анализируемой смеси веществ вводится в хроматографическую установку в бумажной хроматографии?
8. Почему в методе ТСХ необходимо герметически закрывать камеру с растворителем и пластинкой во время подъема фронта растворителя?
9. Как обнаруживают и идентифицируют компоненты на бумажных и тонко-слойных хроматограммах?
10. Каковы области применения, достоинства и недостатки тонкослойной хроматографии?

1.2 Ионообменная колоночная хроматография.

Темы:

- 1) Определение меди в растворе сульфата меди методом колоночной ионообменной хроматографии.
- 2) Определение массы нитратов методом ионообменной хроматографии.

Вопросы для контроля знаний:

1. В чем сущность хроматографического метода анализа?
2. Как классифицируют методы хроматографии?
3. Что определяет величина R_f ? С какими хроматографическими характеристиками она связана?
4. Сущность и особенности колоночной хроматографии?
5. В чем сущность ионообменной хроматографии?
6. Приведите примеры катионитов и анионитов. Где их используют?
7. С какой целью в лабораторной работе применяли сульфат меди?

8. Какой вид ионита использовали в экспериментальной колонке?
9. Как определяется количество ионов меди, поглощенных ионитом?
10. Как подготовить ионообменную смолу к работе?
11. Что такое «обменная емкость» ионита, в каких единицах измеряется?
12. Зависит ли селективность ионообменника от его емкости?
13. В чем преимущество ионообменной хроматографии в отличие от плоскостной (бумажной)?
14. Как восстановить (регенерировать) хроматографическую ионообменную колонку (ИОК) для работы?
15. Как провести деионизацию воды с помощью ионообменников? Напишите уравнения реакций.
16. Каковы области применения, достоинства и недостатки ионообменной хроматографии?

ОСНОВНЫЕ БЕЗОПАСНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ И ВНУТРЕННИЙ РАСПОРЯДОК

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

в) привести в порядок и выключить использованную аппаратуру;

г) проверить выключение нагревательных приборов, воды.

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

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

1.1 Работа с кислотами и щелочами

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

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

а) надеть резиновые перчатки, фартук и защитные очки;

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

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

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

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

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

1.2 Работа с ядовитыми и вредными веществами

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

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

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

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

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

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

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

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

1.3 Первая помощь при несчастных случаях

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

Оказание первой помощи пострадавшему состоит в следующем:

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

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

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

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

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

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

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

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

1.4 Меры противопожарной безопасности при работе в лаборатории.

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

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

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

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

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

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

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

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

б) фосфор гасите песком или водой;

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

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

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

1. Гравиметрический анализ.

В гравиметрическом анализе используют прямое измерение массы вещества при помощи взвешивания, поэтому этот метод является абсолютным. Определяемую составную часть выделяют либо в чистом виде, либо в виде соединения. Основным измерительным прибором являются аналитические весы. Гравиметрический анализ основан на законе сохранения массы вещества, законе постоянства состава и законе эквивалентов.

Гравиметрический метод обеспечивает высокую точность, не требует сложной аппаратуры и доступен для любой химической лаборатории, но определения требуют больших затрат времени.

Гравиметрические определения делят на три вида:

1. Определяемую составную часть выделяют и взвешивают.
2. Определяемую составную часть удаляют, а остаток взвешивают.
3. Определяемую составную часть превращают в химическое соединение – гравиметрическую форму – и взвешивают.

Третий тип определения является наиболее распространенным.

В ходе гравиметрического анализа определяемое вещество переводят в малорастворимое соединение (используется метод осаждения). Осадок выделяют, высушивают, прокаливают и взвешивают.

В ходе определения можно выделить две формы вещества: осаждаемую и гравиметрическую (весовую):

– *соединение, в виде которого определяемый компонент осаждается из раствора, называется осаждаемой формой;*

– *соединение, в виде которого происходит взвешивание, называется гравиметрической формой или весовой.*

Вещество в *осаждаемой форме* должно:

- обладать малой растворимостью;
- образовывать крупные кристаллы (такой осадок не забивает поры

фильтра), мало адсорбирует из раствора посторонние вещества и легко отмывается от различных загрязнений;

– легко и полностью превращаться в вещество в весовой форме.

Вещество в *весовой форме* должно:

– точно соответствовать по составу химической формуле;

– быть достаточно химически устойчивой;

– содержание определяемого элемента в весовой форме должно быть как можно меньшим.

Гравиметрические методы, связанные с получением осадков, включают *следующие операции*:

1. Отбор средней пробы.
2. Расчет навески.
3. Взятие навески.
4. Растворение навески.
5. Осаждение.
6. Фильтрование и промывание осадка.
7. Высушивание, озоление и прокаливание осадка.
8. Расчет результатов анализа.

Взвешивание – одна из главных операций количественного анализа.

В зависимости от необходимой точности в аналитических лабораториях пользуются либо технохимическими, либо аналитическими весами. Технохимические весы позволяют взвешивать с погрешностью до $\pm 0,01$ г. Аналитические весы позволяют взвешивать различные тела, весящие не более 100 – 200 г, с точностью до 0,0001 г, т.е. до 0,1 мг. С правилами взвешивания студентов знакомит преподаватель на первой лабораторной работе по гравиметрии.

Все расчеты выполняются на основе закона эквивалентов и закона сохранения массы вещества.

Расчет результатов определения при анализе *по методу осаждения*.

Содержание определяемого компонента рассчитывают либо в граммах (формула 1) либо в процентах (формула 2):

$$m_1 = m_2 \cdot F \quad (1)$$

$$\omega = (m_2 \cdot F / m_3) \cdot 100 \quad (2),$$

где: m_1 – масса определяемого вещества, г;

m_2 – масса весовой формы (масса навески), г;

F – аналитический множитель (фактор) гравиметрического анализа;

m_3 – масса исследуемого соединения, г.

Аналитический множитель F находят по справочным таблицам. Он представляет собой следующее соотношение (3):

$$F = (a \cdot M_1) / (b \cdot M_2) \quad (3),$$

где: a – стехиометрический коэффициент, стоящий в уравнении реакции перед определяемым веществом;

M_1 – молярная масса определяемого вещества, г/моль;

b – стехиометрический коэффициент, стоящий в уравнении реакции перед соединением весовой формы;

M_2 – молярная масса весовой формы, г/моль.

Это отношение показывает, сколько граммов определяемого вещества содержится в 1 г осадка.

Лабораторно-практическая работа № 1

Правила техника безопасности в аналитической лаборатории.

Определение содержания бария в хлориде бария.

Цель работы: изучить правила поведения и техники безопасности при работе в аналитической лаборатории и лаборатории физико-химических методов анализа; освоить основные операции при проведении гравиметрического анализа, провести определение содержания бария в хлориде бария.

Задание: получить сведения о требованиях безопасности при работе с химическими веществами, химической посудой и оборудованием; о правилах поведения в лаборатории и содержании рабочего места; о приемах безопасной работы при нагревании, получении жидких и газообразных веществ, при работе с различным приборным обеспечением лабораторных работ. Выполнить все основные этапы (операции), в том числе подготовительные (подготовка посуды,

реактивов, отбор средней пробы, расчет навески, взятие навески), для осаждения бария в виде сульфата бария, соблюдая все условия проведения анализа. Освоить процессы сушки, озоления и прокаливания. Рассчитать полученную массу бария с учетом гравиметрического фактора, а также рассчитать абсолютную и относительную погрешность.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- общие правила поведения и работы в аналитической лаборатории и лаборатории по физико-химическим методам анализа;
- основы техники безопасности при работе с химическими реактивами;
- общие сведения о химической посуде и оборудовании, приборном обеспечении в гравиметрическом анализе;
- основные этапы (операции) при проведении гравиметрического анализа;
- основные формулы количественного расчета полученных результатов.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- правила поведения, содержания рабочего места и работы в аналитической лаборатории и лаборатории физико-химических методов анализа;
- особенности работы с различными химическими веществами;
- правила техники безопасности в аналитической лаборатории и лаборатории физико-химических методов анализа;
- методы получения твердых веществ, правила работы с химической посудой, оборудованием, нагревательными приборами;
- методы осаждения и формы получаемого вещества;
- формулы расчета в гравиметрическом анализе.

Уметь:

- применять изученные правила техники безопасности в химических лабораториях;
- проводить нагревание на спиртовке, плитке, водяной и песочной бане;
- выполнять операции декантации и фильтрования, промывания осадков;
- проводить высушивание осадков на фильтре в сушильных шкафах;

➤ проводить озоление исследуемых аналитических проб на спиртовках и электроплитах;

➤ проводить прокаливание в муфельных печах;

➤ пользоваться химической посудой и оборудованием.

Владеть:

➤ техникой приготовления растворов для проведения осаждения;

➤ техникой проведения осаждения, высушивания, озоления и прокаливания;

➤ приемами расчета в гравиметрическом анализе, в том числе расчета абсолютной и относительной ошибок.

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

➤ назвать правила безопасной работы со щелочными металлами, концентрированными кислотами и щелочами;

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

➤ перечислить действия при попадании на кожу концентрированных кислот, концентрированных щелочей, при возникновении возгорания;

➤ назвать правила нагревания на спиртовке, плитке, водяной и песочной бане;

➤ перечислить правила озоления и прокаливания образцов;

➤ правила работы с приборами, работающими от сети.

Лабораторная работа № 2

Определение содержания железа (III) в растворе его соли

Цель работы: освоение основных операций весового анализа, определение содержания железа (III) в растворе его соли.

Задание: для закрепления навыков в проведении весового анализа выполнить все основные этапы (операции), в том числе подготовительные (подготовка посуды, реактивов, отбор средней пробы, расчет навески, взятие навески), для

осаждения железа в виде гидроксида железа (III), соблюдая все условия проведения анализа. Провести осаждение из раствора соли железа коллоидообразователем гидроксидом аммония. С полученным аморфным осадком провести все операции для подготовки его к прокаливанию, соблюдая все условия. Рассчитать полученную массу железа в его весовой форме оксида железа (III) с учетом гравиметрического фактора, а также рассчитать абсолютную и относительную погрешность.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- процессы коагуляции, пептизации и их особенности;
- некоторые особенности в свойствах солей железа;
- основные этапы (операции) при проведении гравиметрического анализа определения железа (III) в растворе его соли;
- характеристика аморфных осадков и особенности их осаждения;
- особенности осаждаемой и весовой (гравиметрической) форм осадков;
- основные формулы количественного расчета полученных результатов.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- методику осаждения аморфных осадков и приемы их обработки;
- особенности в различии осаждаемой и весовой формы полученного осадка;
- все условия проведения осаждения железа (III) из раствора его соли коагулирующим осадителем;
- формулы расчета в гравиметрическом анализе.

Уметь:

- проводить осаждение аморфных осадков;
- выполнять операции декантации и фильтрования, промывания аморфных осадков;
- проводить слабое высушивание аморфных осадков на фильтре в сушильном шкафу и на плите;
- проводить озоление на плите и прокаливание в муфельных печах;
- пользоваться химической посудой и оборудованием.

Владеть:

- техникой приготовления растворов для проведения осаждения;
- техникой проведения осаждения, высушивания, озоления и прокаливания аморфных осадков;
- приемами расчета в гравиметрическом анализе, в том числе расчета абсолютной и относительной ошибок.

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

- озвучить правила работы с раствором аммиака в аналитической лаборатории;
- назвать общие правила поведения в лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать правила нагревания на спиртовке, электроплитке;
- перечислить правила озоления и прокаливания полученных образцов;
- правила работы с приборами, работающими от сети.

2. Титриметрический анализ.

Для проведения титриметрических определений необходимы растворы с точно известной концентрацией, которые называют *стандартными или титрованными* (а также титрантами или рабочими).

Различают первичные и вторичные стандартные растворы. Первичные растворы стандартные растворы можно приготовить следующими способами:

- по точной навеске, если вещество устойчиво, хорошо растворимо, является химически чистым и его состав строго соответствует определенной формуле;

- из фиксанала (фиксанал – это герметично запаянная стеклянная ампула с точно фиксированным количеством стандартного твердого вещества (точная навеска) или точным объемом стандартного раствора, необходимых для приготовления 1 л 0,1000 н. стандартного раствора.

Вторичные стандартные растворы готовят приблизительной концентрации из навески твердого вещества с последующим растворением или разбавлением определенного объема концентрированного раствора. Для установления точной концентрации вторичных стандартных растворов проводят обязательную процедуру стандартизации, т.е. *уточняют его концентрацию по подходящему первичному стандарту*.

Первичные стандартные растворы также называют приготовленными, а вторичные установленными.

Стандартные растворы готовят с использованием аналитических весов и точной мерной посуды. Концентрацию стандартных растворов записывают с точностью до 4 значащих цифр.

В зависимости от типа используемых химических реакций различают следующие методы титриметрического анализа:

- методы кислотно-основного титрования, основанные на реакции нейтрализации;
- методы окисления-восстановления, основанные на взаимодействии между окислителем и восстановителем;
- методы комплексообразования, основанные на образовании мало-диссоциирующих комплексных ионов или молекул;
- методы осаждения, основанные на образовании малорастворимых соединений.

Виды титрования, применяемые в титриметрическом анализе

В титриметрическом анализе применяют *прямое титрование*; *обратное титрование*; *косвенное титрование*, или *титрование заместителя*.

Прямое титрование – это такое титрование, когда определяемое вещество непосредственно титруется стандартным раствором титранта или наоборот.

В обратном титровании осуществляют титрование непрореагировавшего вещества, которое прибавлено в избытке к анализируемому раствору в виде стандартного раствора.

Косвенное титрование – титрование, при котором определяемое вещество не реагирует с титрантом непосредственно, а определяется косвенно в результате использования стехиометрически протекающей реакции с образованием другого вещества, реагирующего с титрантом.

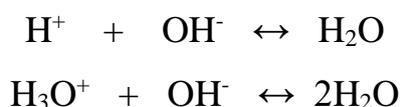
Важнейшим моментом в титриметрическом анализе является установление точки эквивалентности (ТЭ). Для установления точки эквивалентности используют разные способы индикации: самоиндикация, специальные индикаторы, физико-химические способы. Довольно часто в титриметрическом анализе используют холостое титрование – титрование раствора, идентичного анализируемому раствору по объему, кислотности, количеству индикатора и т.д., но не содержащего определяемого вещества.

К основным операциям титриметрического анализа относятся:

1. Очистка, мытье, хранение мерной посуды.
2. Проверка вместимости мерной посуды.
3. Взятие навески с точно известной массой по разности результатов двух взвешиваний (обычно – на аналитических весах).
4. Количественное перенесение навески вещества в мерную колбу и растворение вещества.
5. Заполнение мерной посуды (колб, бюреток, пипеток) раствором.
6. Опорожнение пипеток, бюреток.
7. Отбор аликвотной доли анализируемого раствора.
8. Собственно процедура титрования и расчеты по результатам титрования.

Кислотно-основное титрование или метод нейтрализации

В основе метода кислотно-основного титрования лежит следующая реакция:



Эта реакция характеризует обмен протонами и как все обратимые реакции подчиняется закону действующих масс.

По данному методу можно, пользуясь титрованным раствором какой-либо кислоты, проводить количественное определение щелочей (ацидиметрическое титрование, от лат. слова *acidum* – кислота) или, пользуясь титрованным раствором щелочи, количественно определять кислоты (алкалиметрическое титрование, от лат. слова *alkali* – щелочь).

Как правило, в качестве рабочих растворов используют либо сильные кислоты, либо сильные основания.

Основными рабочими растворами (титрантами) в этом методе являются раствор кислоты (как правило, это HCl или H₂SO₄) и раствор щелочи (как правило, это NaOH или KOH).

При титровании различных кислот и оснований точка эквивалентности может находиться при различных значениях pH как в нейтральной, так и в кислой и щелочной областях.

Лабораторная работа № 3

Определение нормальности щелочи по щавелевой кислоте

Цель работы: Освоить навыки проведения процедуры титрования методом кислотно-основного титрования и расчета содержания определяемого компонента.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование к проведению анализа; рассчитать навеску щавелевой кислоты для приготовления установочного раствора и приготовить раствор; рассчитать навеску гидроксида натрия и приготовить раствор приблизительной заданной концентрации; провести титрование гидроксидом натрия аликвоты щавелевой кислоты; провести расчет нормальности и титра щелочи по полученным данным после титрования.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- правила выполнения основных операций в титриметрическом анализе;
- типовые расчеты в титриметрическом анализе;
- сущность кислотно-основного титрования и условия его проведения;
- понятие титра, титранта, способы приготовления титрантов, процедуру стандартизации;

- точка эквивалентности, способы установления точки эквивалентности;
- титранты и индикаторы, применяемые в кислотно-основном титровании.

Знать:

- методику подготовки бюретки и анализируемых проб к анализу;
- способ и методику приготовления стандартного раствора щавелевой кислоты;
- способ и методику приготовления раствора гидроксида натрия приблизительно концентрации;
- последовательность проведения стандартизации щелочи по щавелевой кислоте (установление титра и нормальности щелочи);
- основные формулы для расчета нормальности и титра щелочи.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для проведения титрования;
- заполнять бюретку рабочим раствором, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов для титрования;
- выполнять операцию кислотно-основного титрования с учетом всех условий, предлагаемых методикой при проведении анализа;
- выполнять расчеты по полученным результатам титрования.

Владеть:

- техникой приготовления растворов всеми способами: по точной навеске, из фиксаля, приблизительной концентрации с последующей стандартизацией раствора;
- техникой проведения процедуры кислотно-основного титрования;
- техникой установления точки эквивалентности (конечной точки титрования);
- приемами расчета в титриметрическом анализе, в том числе расчета сходимости результата анализа, где это необходимо.

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

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содер-

жания рабочего места;

- сформулировать правила работы с растворами кислот и щелочей в аналитической лаборатории;
- перечислить основные меры помощи при попадании растворов кислот и щелочей на кожу, в глаза;
- назвать способы хранения и утилизации растворов кислот и щелочей.

Лабораторная работа № 4

Определение содержания карбоната натрия в растворе

Цель работы: Освоить навыки проведения процедуры титрования методом кислотно-основного титрования и расчета содержания определяемого компонента.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование к проведению анализа; рассчитать объем соляной кислоты для приготовления раствора приблизительно концентрации и приготовить раствор; рассчитать навеску тетрабората натрия для приготовления установочного раствора и приготовить раствор точной концентрации; провести процедуру стандартизации соляной кислоты по тетраборату натрия; провести расчет нормальности и титра кислоты по полученным данным после титрования; подготовить аликвоты исследуемого раствора карбоната натрия и оттитровать растворов соляной кислоты; провести расчет нормальности и титра исследуемого раствора карбоната натрия.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- правила выполнения основных операций в титриметрическом анализе;
- типовые расчеты в титриметрическом анализе;
- сущность кислотно-основного титрования и условия его проведения;
- понятие титра, титранта, способы приготовления титрантов, процедуру стандартизации;
- точка эквивалентности, способы установления точки эквивалентности;
- титранты и индикаторы, применяемые в кислотно-основном титровании.

Знать:

- методику подготовки бюретки и анализируемых проб к анализу;

- способ и методику приготовления рабочего раствора соляной кислоты при близительной концентрации;
- способ и методику приготовления установочного раствора тетрабората натрия точной концентрации;
- последовательность проведения стандартизации соляной кислоты по тетраборату натрия (установление титра и нормальности щелочи);
- процедуру подготовки аликвот исследуемого раствора карбоната натрия к титрованию соляной кислоты;
- основные формулы для расчета нормальности и титра исследуемого раствора карбоната натрия.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа титрованием;
- заполнять бюретку рабочим раствором, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов для титрования;
- выполнять операцию кислотно-основного титрования с учетом всех условий, предлагаемых методикой при проведении анализа;
- выполнять расчеты по полученным результатам титрования.

Владеть:

- техникой приготовления растворов всеми способами: по точной навеске, из фиксаля, близительной концентрации с последующей стандартизацией раствора;
- техникой проведения процедуры кислотно-основного титрования;
- техникой установления точки эквивалентности (конечной точки титрования);
- приемами расчета в титриметрическом анализе, в том числе расчета сходимости результата анализа, где это необходимо.

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

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содер-

жания рабочего места;

- сформулировать правила работы с растворами кислот и щелочей в аналитической лаборатории;
- перечислить основные меры помощи при попадании растворов кислот и щелочей на кожу, в глаза;
- назвать способы хранения и утилизации растворов кислот, щелочей и иных растворов.

Комплексонометрическое титрование

Реакции комплексообразования могут использоваться в титриметрии при условии их протекания с высокой скоростью, стехиометрично и количественно. Связывание определяемого иона в комплекс тем полнее, чем прочнее этот комплекс, т.е. чем меньше константа его нестойкости.

Для химического анализа широко применяют группы органических реактивов, объединенных под общим названием «комплексоны». Чаще всего в титриметрическом анализе применяют комплексон, называемый трилоном Б, из которого готовят стандартный раствор для титрования методом комплексонометрии. Трилон Б – двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА, комплексон III). Трилон Б, как и другие комплексоны, образует прочные, растворимые в воде комплексные соединения с ионами магния, щелочно-земельных металлов, марганца, редкоземельных и др.

Так как, реакции комплексообразования часто зависят от среды раствора, то для поддержания определенной среды часто используют аммиачный буферный раствор, обеспечивающий достаточно высокое значение рН раствора.

Индикаторами в комплексонометрии служат органические реактивы, которые дают с определяемым ионом характерно окрашенные соединения. Для них характерно резкое отличие их цвета от цвета раствора самого индикатора. Именно вблизи точки эквивалентности, когда почти все определяемые ионы связаны в комплекс трилоном Б, окраска раствора меняется. Особенностью также в комплексонометрии является применение индикаторов, образующих окрашенное соединение с определяемым ионом.

Лабораторная работа № 5

Определение содержания кальция, магния и общей жесткости воды

Цель работы: Освоить методику проведения комплексонометрического титрования и определить содержание кальция и магния при их совместном присутствии, а также общую жесткость водопроводной воды.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование к проведению анализа; приготовить раствор трилона Б заданной концентрации по предложенной методике и провести его стандартизацию по раствору сульфата магния с индикатором эриохромом черным Т; приготовить раствор установочного вещества по точной навеске; рассчитать поправочный коэффициент для раствора трилона Б; приготовить аммиачный буферный раствор по предлагаемой методике; подготовить сухие смеси индикаторов эриохрома черного Т и мурексида с поваренной солью; подготовить аликвоты исследуемой водопроводной воды и оттитровать раствором трилона Б, определяя сначала кальций с индикатором эриохромом черным Т, а затем марганец с индикатором мурексидом; рассчитать по соответствующим формулам содержание кальция и магния, а затем общую жесткость воды; сравнить полученный результат с нормативными требованиями по общей жесткости для водопроводных вод.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность комплексонометрического титрования и условия его проведения;
- титранты и индикаторы, применяемые в комплексонометрическом титровании;
- схемы реакций взаимодействия хромофорных индикаторов и трилона Б с катионами металлов с целью освоения способа установления точки эквивалентности в данном виде титрования;
- особенности условий проведения комплексонометрического титрования при определении кальция и магния.

Знать:

- методику подготовки бюретки и анализируемых проб к анализу;

- способ и методику приготовления рабочего раствора трилона Б приблизительной концентрации;
- способ и методику приготовления установочного раствора сульфата магния точной концентрации, расчет поправочного коэффициента к раствору трилона Б;
- процедуру подготовки аликвот исследуемой водопроводной воды титрованию трилоном Б;
- процедуру титрования при определении кальция и магния при их совместном присутствии с соответствующими индикаторами и средой раствора;
- формулы расчета содержания кальция и магния после проведения титрования;
- формулу расчета общей жесткости воды;
- нормированный показатель общей жесткости воды для сравнения с полученным результатом;
- классификацию типов воды (мягкая, средней жесткости, жесткая) по общей жесткости.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа титрованием;
- заполнять бюретку рабочим раствором, отбирать мерными пипетками аликвоты необходимых растворов для титрования;
- готовить рабочие, установочные, буферные растворы, предлагаемые методикой проведения анализа;
- готовить смеси сухих индикаторов, применяемые в комплексонометрическом титровании;
- выполнять операцию комплексонометрического титрования с учетом всех условий, предлагаемых методикой при проведении анализа;
- выполнять расчеты по полученным результатам титрования.

Владеть:

- техникой приготовления растворов всеми способами: по точной навеске,

из фиксанала, приблизительной концентрации с последующей стандартизацией раствора;

- техникой проведения процедуры комплексонометрического титрования;
- техникой установления точки эквивалентности (конечной точки титрования) в данном виде титрования;
- приемами расчета в содержания кальция и магния, общей жесткости водопроводной воды, в том числе расчета сходимости результата анализа, где это необходимо.

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

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- сформулировать правила работы с раствором аммиака в аналитической лаборатории;
- перечислить основные меры помощи при попадании паров аммиака в дыхательные пути;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения комплексонометрического титрования.

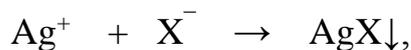
Осадительное титрование

Осадительное титрование или точнее метод осаждения основан на реакциях, в результате которых получают малорастворимые осадки. Но в титровании только некоторые из них могут быть использованы в объемном анализе. Для реализации таких реакций необходимо соблюдение ряда условий:

- осадок должен быть практически нерастворимым;
- скорость выпадения осадка должна быть достаточно высокой;
- результаты титрования не должны в заметной степени искажаться явлениями адсорбции (соосаждения);
- должна быть возможность фиксации точки эквивалентности при титровании.

Наиболее важными из методов осаждения являются методы аргентометрии и роданометрии.

Метод аргентометрии основан на получении осадков в виде малорастворимых солей серебра:



где: X^- – Cl^- , Br^- , I^- и др.

В качестве стандартных растворов, в частности в методе Мора, используют растворы нитрата серебра и хлорида натрия, а в качестве индикатора – раствор хромата калия K_2CrO_4 . Методом Мора определяют содержание хлоридов и бромидов (титрант AgNO_3) и соли серебра (титрант NaCl). При титровании получается осадок характерного красно-бурого цвета – Ag_2CrO_4 . Титрование методом Мора проводят только в нейтральных средах, поэтому кислые растворы предварительно нейтрализуют щелочью. Осадок хромата серебра растворим в кислотах, поэтому не представляется возможным в кислых средах установить момент эквивалентности. В сильно-щелочных средах ионы серебра Ag^+ вступают в реакцию с OH^- с образованием AgOH , переходящего в осадок AgO_2 черно-коричневого цвета.

Лабораторная работа № 6

Определение процентного содержания хлоридов

(метод аргентометрии, метод Мора)

Цель работы: Освоить методику проведения осадительного титрования, определить процентное содержание хлоридов в исследуемом растворе.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование к проведению анализа; рассчитать навески солей хлорида калия и натрия; приготовить из навесок солей растворы заданных концентраций; приготовить рабочий раствора нитрата серебра из фиксанала; приготовить раствор индикатора хромата калия; провести титрование аликвот каждой соли нитратом серебра и рассчитать титр нитрата серебра по хлориду натрия и калия; рассчитать процентное содержание хлоридов во взятых навесках.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность и особенности осадительного титрования и условия его проведения;
- титранты и индикаторы, применяемые в осадительном титровании;
- особенности условий проведения осадительного титрования при определении хлоридов;
- расчет титра по определяемому веществу.

Знать:

- методику подготовки бюретки и анализируемых проб к анализу;
- способ и методику приготовления рабочего раствора нитрата серебра из фиксаля;
- способ и методику приготовления исследуемых растворов по точным навескам;
- процедуру подготовки аликвот исследуемых растворов хлоридсодержащих солей;
- формулы расчета титра растворов по определяемому веществу и расчета процентного содержания хлоридов в исходных навесках.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для приготовления растворов, предлагаемых методикой для проведения анализа титрованием;
- заполнять бюретку рабочим раствором, отбирать мерными пипетками аликвоты исследуемых растворов для титрования;
- готовить рабочие растворы из фиксаля;
- готовить растворы для исследования;
- готовить растворы индикаторов (10 %-ный раствор хромата калия);
- выполнять операцию титрования с учетом всех условий, предлагаемых методикой при проведении анализа;
- выполнять расчеты по полученным результатам титрования.

Владеть:

- техникой приготовления растворов различными способами: по точной

навеске, из фиксанала;

- техникой проведения процедуры осадительного титрования;
- техникой установления точки эквивалентности (конечной точки титрования) в данном виде титрования;
- приемами расчета титра по определяемому веществу с последующим расчетом процентного содержания определяемого вещества в исходных навесках.

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

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения осадительного титрования.

Окислительно-восстановительное титрование

Окислительно-восстановительное титрование, также называют редоксиметрическим или оксидиметрическим, основано на реакциях окисления и восстановления, связанные с переходом электронов от одного иона (молекулы) к другому.

Каждую окислительно-восстановительную реакцию можно представить как сумму двух полуреакций, одна из которых отражает превращение окислителя, а другая – восстановителя.

Фактор эквивалентности ($f_{эке}$) в окислительно-восстановительном титровании показывает, какая доля частицы эквивалентна одному электрону в полуреакции.

При редоксиметрическом титровании концентрации участвующих в реакции веществ или ионов все время изменяются. Таким образом, и окислительно-восстановительный потенциал раствора (E), подобно тому, как при титровании по методу кислотно-основного титрования все время изменяется рН раствора.

Выделяют безиндикаторное титрование и индикаторное. В индикаторном редоксиметрическом титровании используют две группы индикаторов:

1. Индикаторы, которые вступают в специфическую реакцию с окислителем

или восстановителем. Точку эквивалентности определяют по исчезновению окраски раствора, если окрашенное соединение было образовано определяемым веществом с индикатором, или по появлению окраски, если окрашенное соединение возникает при взаимодействии индикатора с титрантом.

2. Индикаторы, у которых перемена окраски не зависит от специфических свойств окислителей или восстановителей, реагирующих между собой при титровании, а связана с достижением титруемым раствором определенного окислительно-восстановительного или редокс-потенциала. Эти индикаторы так и называются окислительно-восстановительными или редокс-индикаторами. Примером таких индикаторов являются: дифениламин, ферроин, фенилантраниловая кислота и др.

Лабораторная работа № 7

Определение содержания железа (II) в растворе соли Мора

(метод перманганатометрии)

Цель работы: закрепить навыки в технике титрования, освоить метод оксидиметрического титрования и определить содержание железа (II) в навеске соли Мора.

Задание: подготовить посуду, реактивы и оборудование к проведению анализа; приготовить раствор серной кислоты заданной концентрации из концентрированного раствора; рассчитать навеску соли Мора и приготовить заданный объем раствора для определения в нем содержания железа (II); приготовить рабочий раствор перманганата калия из фиксаля; провести отбор аликвот раствора соли Мора и провести их титрование рабочим раствором; рассчитать титр перманганата калия по определяемому веществу, затем массу железа в соли и процентное содержание железа в исходной навеске.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность и особенности окислительно-восстановительного титрования и условия его проведения;
- титранты и индикаторы, применяемые в окислительно-восстановительного титровании;

➤ особенности условий проведения окислительно-восстановительного титрования при определении железа в соли Мора;

➤ расчет титра по определяемому веществу, массы исследуемого вещества и его процентного содержания в исходной навеске.

Знать:

➤ методику подготовки бюретки и анализируемых проб к анализу;

➤ способ и методику приготовления рабочего раствора перманганата калия из фиксанала;

➤ методику приготовления исследуемого раствора соли Мора по точной навеске;

➤ процедуру подготовки аликвот исследуемого раствора соли Мора для титрования и особенности установления точки эквивалентности;

➤ формулы расчета титра растворов по определяемому веществу, массы вещества и его процентного содержания железа в соли Мора в исходных навесках.

Уметь:

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

➤ заполнять бюретку рабочим раствором, отбирать мерными пипетками аликвоты исследуемых растворов для титрования;

➤ готовить рабочие растворы из фиксаналов;

➤ готовить растворы для исследования;

➤ выполнять операцию титрования с учетом всех условий, предлагаемых методикой при проведении анализа;

➤ выполнять расчеты по полученным результатам титрования.

Владеть:

➤ техникой приготовления растворов различными способами: по точной навеске, из фиксанала;

➤ техникой проведения процедуры в окислительно-восстановительного титрования;

➤ техникой установления точки эквивалентности (конечной точки титрова-

ния) в данном виде титрования;

➤ приемами расчета титра по определяемому веществу с последующим расчетом процентного содержания определяемого вещества в исходных навесках.

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

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

➤ назвать основные положения при работе с концентрированными кислотами и сильными окислителями как перманганат калия;

➤ назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения в окислительно-восстановительного титрования.

Контрольная лабораторная работа № 1

Контрольная лабораторная работа (КЛР) выполняется по методике нормативного документа (ГОСТа). Задание выдается преподавателем не позже, чем за две недели до выполнения КЛР. В задании указывается объект исследования (продукт питания, бытовое или парфюмерно-косметическое средство, либо какой-нибудь природный объект) и ссылка на нормативный документ, в котором есть методика исследования конкретного продукта, либо он выдается в твердой копии, а также дается ссылка на нормативный документ, где есть нормативные показатели (СанПиН, ТУ, ОТУ). Для выполнения КЛР студенту необходимо приобрести объект исследования.

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

Отчет по контрольной лабораторной работе должен включать следующие структурные части:

1. Тема (по названию испытания в ГОСТе или в другом нормативном документе).
2. Цель проводимого исследования.
3. Перечень реактивов, материалов и оборудования из нормативного док

умента.

4. Сущность метода.

5. Характеристика исследуемого образца материала или изделия, включающая описание маркировки, сроков хранения, даты изготовления.

6. Органолептические испытания (являющиеся субъективными): цвет, запах, консистенция.

7. Физико-химические испытания (описание процедуры испытания) с приведенными, где необходимо, расчетами. С указанием числа параллельных испытаний (повторностей), расчета расхождений между испытаниями (сходимость результатов).

8. Выводы с обоснованием полученных результатов.

Пример оформления одного из испытаний КОНТРОЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение физико-химических показателей методами количественного анализа (гравиметрическим) по методикам нормативных документов.

**Определение воды и летучих веществ в косметических средствах
(на примере образца - Крем для рук «Бархатные ручки. Смягчающий») по ГОСТ 29188.4-91**

Цель работы – закрепить и усовершенствовать навыки проведения гравиметрического анализа для определения качественных и количественных характеристик образцов промышленных материалов на основе методик нормативных стандартов. Научиться оформлять проведенные испытания на соответствие качественных и количественных показателей требованиям государственных нормативных стандартов.

Аппаратура и реактивы: (перечисляете как в лабораторной работе).

Сущность метода. Метод основан на высушивании образца косметического изделия.

Характеристика исследуемого образца: для испытаний был взят образец Крем для рук «Бархатные ручки. Смягчающий». Крем помещен в пластико-

вую тубу объемом 80 мл. На упаковке имеется название, приводится состав (на англ. яз. с пояснением на русском яз.), производитель (ООО «Юнилевер Русь», Россия, Москва), дата производства 24.12.19, срок годности (до 23.12.22) и др. информация если таковая есть.

Органолептические испытания косметических кремов в определенной степени являются субъективными, так как не имеется эталонов для сравнения. Внешний вид, цвет, запах и вкус зубных паст определяется органолептически. Наносится небольшое количество пасты на гладкую стеклянную пластинку или лист белой бумаги. Легким растиранием пробы на ощупь устанавливается отсутствие крупинки и одновременно определяется цвет и запах (*указываете что определили*).

Подготовка к испытанию. Из ГОСТА...

Проведение испытания Текст берете из ГОСТА...

Результаты высушивания представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты высушивания образцов крема для рук

| Последовательность высушивания образцов | Массы стаканчиков с песком и палочкой | | Массы стаканчиков с песком, с палочкой и образцом до высушивания | | Массы стаканчиков с песком, с палочкой и образцом после высушивания | |
|---|---------------------------------------|---|--|---|---|---|
| | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
| 1-е высушивание | | | | | | |
| 2-е высушивание | | | | | | |
| 3-высушивание | | | | | | |
| n-высушивание | | | | | | |

Обработка результатов

1. За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов не менее двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны и далее из ГОСТА...

2. Текст берется из ГОСТА... здесь приводятся расчетные формулы, которые вам необходимы по ГОСТу.

Также приводите заключение о погрешностях.

Результаты расчета представлены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты определения массовой доли воды и летучих веществ или сухого вещества образцов крема для рук

| Фактически полученное среднее арифметическое значение массовой доли воды и летучих веществ, % | Нормативный показатель по ГОСТ..., (%)* |
|---|---|
| | |

*нормативный показатель берете либо из ГОСТ 31460-2012 (для кремов) либо из СанПиН 1.2.681-97. 1.2.

Сравниваете полученные данные и нормативные требования и делаете вывод по работе.

Вывод: По результатам испытания можно сделать вывод, что испытуемые образцы соответствуют (или не соответствуют) нормативным требованиям стандарта (номер ГОСТа или СанПиНа) ... по данному показателю - массовой доли воды и летучих веществ.

Экстракция

Экстракция – это процесс разделения и концентрирования веществ, основанный на распределении между двумя несмешивающимися фазами, водной и органической. Органическое вещество, ответственное за образование экстрагируемого соединения, называется *экстрагентом*. Для улучшения физических и экстракционных свойств экстрагента добавляют разбавитель – инертный органический растворитель. Органическая фаза, содержащая экстрагируемое соединение, и отделенная от водной фазы, называется *экстрактом*.

Процесс экстракции основан на законе распределения и характеризуется коэффициентом распределения. Коэффициент распределения D – это отношение общей концентрации вещества в органической фазе к его общей концентрации в водной фазе.

$$D = C_o / C_v$$

Чем больше коэффициент распределения отличается от единицы, тем эффективнее экстракция.

Многие неорганические вещества экстрагируются из водных растворов смесей органическими растворителями в виде комплексных и, в особенности, внутрикомплексных соединений.

В качестве растворителей для экстракции из водных растворов применяют не смешивающиеся с водой органические растворители (например, четыреххлористый углерод), хорошо растворяющие простые или комплексные соединения анализируемых элементов. Если же приходится иметь дело с растворителями, частично смешивающимися с водой (например, сероуглерод, этиловый эфир или амиловый спирт), то для «высаливания» т.е. уменьшения растворимости этих веществ в воде, в обрабатываемый раствор прибавляют большие количества электролитов.

Для организации безопасной работы необходимо знать, что многие органические растворители, например, диэтиловый эфир, чрезвычайно огнеопасны, а другие, например, четыреххлористый углерод, очень ядовиты при вдыхании паров».

Для проведения экстракции используют делительные воронки.

Преимуществами экстракции являются универсальность, простота и экспрессность.

При подготовке к лабораторным работам предварительно прочитайте еще раз правила техники безопасности и работы в лаборатории аналитической химии и физико-химических методов анализа!

Лабораторная работа № 8

Разделение смеси катионов Cu(II), Zn(II), Mg(II), Mn(II), Al(III)

Цель работы: Освоить технику проведения процедуры экстракции в лабораторных условиях. Провести разделение смеси катионов.

Задание: подготовить делительные воронки к анализу; подготовить необходимые реактивы для экстракции в том числе органические экстрагенты; провести экстрагирование анализируемой смеси катионов, записывая в лабораторный журнал свои наблюдения.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- сущность процесса экстракции;
- термины «экстрагент», «экстракт», «рафинат»;
- закон распределения, коэффициент распределения;
- основные положительные стороны экстракции и ее назначение.

Знать:

- методику проведения процесса экстрагирования;
- способ приготовления экстрагентов;
- формулу расчета коэффициента распределения и его интерпретацию.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду и реактивы для проведения процедуры экстрагирования;
- готовить делительные воронки к процессу экстрагирования;
- готовить необходимые реактивы для проведения экстрагирования;
- готовить экстрагенты для экстрагирования согласно методики;
- определять по окраске экстракционного слоя и ли водного слоя содержание в них тех или иных ионов.

Владеть:

- техникой проведения процесса экстрагирования смеси катионов металлов;
- способами приготовления необходимых реактивов для экстрагирования, в том числе приготовления экстрагентов, применяемых в ступенчатом разделении ионов.

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

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- сформулировать правила работы с органическими растворителями, например, диэтиловым эфиром, который чрезвычайно огнеопасен, а другие, например, четыреххлористый углерод, очень ядовиты при вдыхании паров;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения экстрагирования.

Хроматографический анализ

Хроматография (от греч. chroma, chromatosis – цвет, краска), физико-химический метод разделения и анализа смесей, основанный на многократном распределении их компонентов между двумя фазами – неподвижной (н.ф.) и подвижной (п.ф.) (элюент), протекающей через неподвижную. Подвижной фазой является смесь, она может быть жидким раствором или газовой смесью, неподвижной фазой является сорбент твёрдый с большой поверхностью, сорбент также может быть жидким, нанесённым тонкой плёнкой на поверхность твёрдого носителя.

Хроматографический анализ является критерием однородности вещества: если каким-либо хроматографическим способом анализируемое вещество не разделилось, то его считают однородным (без примесей).

Принципиальным отличием хроматографических методов от других физико-химических методов анализа является возможность разделения близких по свойствам веществ. После разделения компоненты анализируемой смеси можно идентифицировать (установить природу) и количественно определять (массу, концентрацию) любыми химическими, физическими и физико-химическими методами.

Хроматографические методы классифицируют по различным признакам.

1. По агрегатному состоянию фаз (п.ф. и н.ф.): газовая, жидкостная, газо-жидкостная.
2. По механизму разделения: комплексообразовательная, адсорбционно-распределительная, осадочная, окислительно-восстановительная, ионообменная.
3. По форме проведения: колоночная, капиллярная, плоскостная (бумажная, тонкослойная).

Для определения положения каждого компонента на хроматограмме необходимо знать величину R_f , которая равна отношению расстояния l , пройденного веществом, к расстоянию L , пройденному растворителем: $R_f = l / L$.

Хроматографические методы анализа получили широкое распространение благодаря своей универсальности, экспрессности и высокой чувствительности. Применяются широко в различных областях промышленности, науки и техники, в экологии, медицине, биологии, криминалистке и т.д.

1.1 Бумажная хроматография

Лабораторная работа № 9

Разделение и обнаружение катионов методом одномерной бумажной хроматографии

Цель работы: Освоить методику проведения бумажной хроматографии, определить на полученной хроматограмме положение всех определяемых компонентов и идентифицировать их.

Задание: подготовить к проведению хроматографирования бумагу, реактивы для «проявки», раствор (смесь) «подвижную фазу», хроматографическую камеру, песочную баню; провести нанесение исследуемой смеси катионов на стартовую линию и провести хроматографирование в камере; провести расчет положения каждого катиона на хроматограмме; осуществить процедуру идентификации катионов с помощью специальных реактивов.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- понятие хроматографии, классификации;
- сущность хроматографического процесса в тонкослойной хроматографии (бумажная хроматография – БХ);
- классификация плоскостной хроматографии;
- характер подвижной и неподвижной фазы в БХ;
- основные этапы и условия в проведении хроматографирования на бумаге;
- расчет положения каждого компонента на бумажной хроматограмме по хроматографическому параметру R_f ;
- порядок проведения процедуры обнаружения хроматографических зон положения компонентов на хроматограмме с помощью специальных реактивов;
- положительные стороны и недостатки БХ.

Знать:

- сущность процесса хроматографирования на бумаге и основные этапы его проведения;
- природу подвижной и неподвижной фазы в БХ;
- методику приготовления смеси растворителей для проведения хроматографирования на бумаге при разделении смеси катионов;
- формулу расчета положения каждого катиона на хроматограмме по хроматографическому параметру R_f ;
- физический смысл величин I и L в формуле расчета положения катионов или иных компонентов анализируемой смеси;
- процедуру определения зон положения каждого катиона (иного компонента) анализируемой смеси с помощью специальных реактивов.

Уметь:

- готовить к проведению анализа хроматографическую бумагу;
- готовить хроматографическую камеру к хроматографированию на бумаге;
- готовить смесь растворителей (подвижную фазу) для проведения БХ;
- рассчитывать положение каждого катиона на хроматограмме по хроматографическому параметру R_f ;
- проводить определение («проявку») каждого катиона (иного компонента) на хроматограмме с помощью специальных реактивов;

Владеть:

- приемами подготовки к хроматографированию бумагу хроматографическую;
- приемами подготовки камеры для хроматографирования, смеси растворителей (подвижная фаза), реактивов для обнаружения зон расположения исследуемых компонентов;
- математическим инструментарием для расчета положения компонентов (катионов) на хроматограмме;
- навыками обнаружения зон расположения катионов или иных компонентов на хроматограмме.

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

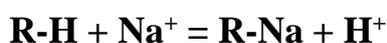
- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- сформулировать правила работы с органическими растворителями и смесями растворителей разной природы, являющимися легко летучими, токсичными и легковоспламеняемыми;
- назвать способы хранения и утилизации растворов, оставшихся после проведения экстрагирования.

1.2. Ионообменная хроматография

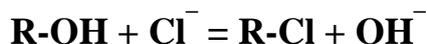
Лабораторная работа № 10

Определение меди в растворе сульфата меди методом колоночной ионообменной хроматографии

Ионный обмен заключается в том, что некоторые вещества, ионообменники (иониты), при погружении в раствор электролита поглощают из него катионы или анионы, выделяя в раствор эквивалентное количество других ионов с зарядом того же знака. Катионообменники обмениваются с раствором катионами, а анионообменники – анионами. Катионообменники (катиониты) содержат в своем составе ионогенные группы кислотного характера: $-\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ и другие. Химическую формулу катионообменника можно изобразить как R-H или R-Na , где R – полимерная матрица. В первом случае ионит находится в H -форме, во втором – в Na -форме. Обмен катионами происходит по реакции:



Анионообменники (аниониты) содержат в своей структуре ионогенные группы основного характера. Их химические формулы могут быть изображены как R-OH или R-Cl . В первом случае анионит находится в OH -форме, во втором – в Cl -форме. Обмен анионами происходит по реакции:



В качестве неподвижной фазы используют неорганические и органические ионообменные материалы, в качестве подвижной фазы – водные растворы.

Для проведения ионообменной хроматографии используют хроматографическую колонку (ИОК), представляющую собой стеклянную трубку длиной 20 – 50 см и диаметром 1 см. Колонку заполняют ионитом, предварительно промытым и находящимся в Н–, ОН– или солевой форме. Высота ионообменника в колонке должна быть 15 – 20 см, а слой воды над ионитом – 3 – 4 см. Подготовленную колонку можно использовать для многократных анализов, проводя после каждой работы регенерацию ионита.

Цель работы: Освоить методику колоночной ионообменной хроматографии, провести хроматографирование и определить содержание меди в анализируемом растворе.

Задание: подготовить ионообменную колонку (ИОК) с катионитом Н-формы к проведению анализа; подготовить бюретку с рабочим раствором гидроксида натрия для титрования анализируемых элюатов; внести аликвоту исследуемого раствора в ИОК, где проходит ионообменная реакция; полученный элюат оттитровать с индикатором; регенерировать ИОК раствором соляной кислоты и промыть дистиллированной водой до $\text{pH} = 7$; провести расчет содержания анализируемого компонента в аликвоте элюата и нормальности исследуемого раствора.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- понятие хроматографии, классификации хроматографических методов;
- сущность ионообменной хроматографии (ИОХ) и механизм ионообменных процессов в ИОК;
- природу ионитов (неподвижная фаза) и их классификацию;
- природа подвижной фазы в ИОХ;
- условия и основные этапы проведения хроматографирования в ИОК;
- методы установления количества исследуемого вещества (компонента) в ИОХ;
- положительные стороны и недостатки ИОХ.

Знать:

- сущность ионообменного процесса в ИОК;

- формы катионитов и ионитов, применяемых в анализе;
- процедуру и условия хроматографирования исследуемого раствора (элюента) в ИОК;
- пути определения и принципы расчета определяемого вещества (компонента) после хроматографирования;
- приемы восстановления (регенерации) ИОК.

Уметь:

- отбирать необходимую посуду, реактивы и оборудование для проведения анализа;
- готовить ионообменную колонку к проведению анализа;
- проводить хроматографирование анализируемого раствора поэтапно;
- определять соответствующими методами содержание определяемого вещества (компонента) в полученном элюате после разделения;
- рассчитывать содержание и соответствующую концентрацию исследуемого раствора;
- проводить восстановление (регенерацию) ИОК.

Владеть:

- теоретическими знаниями в области ионообменной хроматографии;
- методом ионообменного хроматографирования анализируемого объекта;
- способами определения содержания исследуемого вещества (компонента) после процедуры разделения;
- методикой расчета содержания исследуемого вещества (компонента) после разделения;
- приемами восстановления ИОК после анализа.

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

- назвать общие правила поведения в аналитической лаборатории и содержания рабочего места;
- назвать общие принципы работы с кислотами и щелочами;
- сформулировать общие принципы работы с ИОК.

РЕКОМЕНДУЕМЫЕ ЛИТЕРАТУРНЫЕ ИСТОЧНИКИ

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

7. Митрофанова, В. И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: Лаб. практикум для бакалавров направления подготовки 18.03.01 "Химическая технология". Ч. IV-1. Физико-химические методы анализа / В. И. Митрофанова; Амур. гос. ун-тет, Инженерно-физический факультет, Кафедра химии и химической технологии. Благовещенск: АмГУ, 2020. 44 с. – Режим доступа: http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/11580.pdf

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

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

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

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

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

13. Методические указания по выполнению лабораторных работ по про-

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Валентина Ивановна Митрофанова,

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

Аналитическая химия. Методические указания для лабораторных работ (часть 2)

Учебно-методическое пособие

Изд-во АмГУ. / Подписано к печати

Формат 60X84/16. Усл. печ. л. 3,00, уч.-изд.л. _____. Тираж _____. Заказ