

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна  
Должность: проректор по учебной работе  
Дата подписания: 14.09.2022 16:36:53  
Уникальный программный ключ:  
0b817ca911e6668abb13a5d426d57e31c11eabb175e943d14246511a56d089

## МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Юго-Западный государственный университет»  
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии



### ОЗНАКОМЛЕНИЕ С НЕКОТОРЫМИ ОПЕРАЦИЯМИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Методические указания для выполнения лабораторной работы  
по дисциплине «Неорганическая химия»  
для студентов направления подготовки  
04.03.01 «Химия»

Курск 2020

УДК 546

Составитель: О.В. Бурыкина

Рецензент

кандидат педагогических наук, доцент Уварова Т.А.

**Ознакомление с некоторыми операциями физико-химического анализа:** методические указания по дисциплине "Неорганическая химия" / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: О.В. Бурыкина, Курск, 2020, 14с.: рис.4, табл.6, Библиогр.: 14 с.

Излагаются методические указания по проведению лабораторной работы по теме «Ознакомление с некоторыми операциями физико-химического анализа» курса «Неорганическая химия». В методических указаниях приведены правила выполнения основных операций при проведении анализа с использованием различных приборов.

Методические указания предназначены для студентов 1 курса дневного отделения направления подготовки 04.03.01 «Химия», выполняющих лабораторную работу по теме «Ознакомление с некоторыми операциями физико-химического анализа» дисциплины «Неорганическая химия» согласно рабочего учебного плана направления подготовки 04.03.01 «Химия».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 15.09.2020. Форма 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 0,7 Уч.-изд.л. 0,6. Тираж 30 экз. Заказ. 293 Бесплатно

Юго-Западный государственный университет.

305040 Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
Вопросы для самоподготовки.....	5
1. Определение оптической плотности растворов.....	6
2. Измерение электропроводности.....	7
3. Измерение рН растворов.....	9
Лабораторная работа «Определение концентрации вещества с помощью физико-химических методов».....	10
Список литературы.....	14

## ВВЕДЕНИЕ

Изучение веществ - сложный процесс. В чистом виде они в природе практически не встречаются. Чаще это смеси сложного состава, в которых разделение компонентов требует определенных усилий, навыков и оборудования.

После разделения важно правильно идентифицировать вещество. Для этого используются разные способы, в том числе и физико-химические методы анализа (ФХМА), которые разнообразны и требуют применения, как правило, особого оборудования.

Основными особенностями ФХМА является:

- образец исследования необязательно очищать от примесей;
- обладают высокой степенью чувствительности и повышенной избирательностью.
- для анализа необходимо небольшое количество исследуемого образца;
- кратковременность или экспрессность

Преимущества и особенности делают физико-химические способы исследования универсальными и востребованными практически во всех исследованиях независимо от области деятельности.

Примерами использования ФХМА являются:

- контроль над протеканием сложных технологических процессов на производстве;
- качественный и количественный анализ вещества;
- определения выхода продукта реакции;

Физико-химические методы анализа всеобъемлющи, точны и универсальны для применения в исследованиях. Поэтому получение навыков работы с оборудованием, используемым при проведении ФХМА, является весьма актуальным при изучении дисциплин химического профиля.

## ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Сформулируйте закон Ламберта-Бугера-Бера. Для каких растворов он применим?
2. Почему внешние стенки кюветы должны быть сухими и чистыми?
3. Как по калибровочной кривой определить неизвестную концентрацию раствора?
4. Сформулируйте основные правила работы на КФК.
5. Как определяют рабочую длину волны для определяемого вещества?
6. Какой вид должен иметь калибровочный график?
6. В каких единицах измеряется удельная электропроводность?
6. Какова зависимость удельной электропроводности сильного электролита от концентрации?
7. Сформулируйте основные правила работы на кондуктометре.
8. Что называется водородным показателем?
9. Как классифицируются растворы по величине рН?
10. Какой прибор используют для измерения рН?
11. Какие виды измерения рН существуют?
12. Как определяют точку эквивалентности при рН метрическом титровании?

## 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИЧЕСКОЙ ПЛОТНОСТИ РАСТВОРОВ

В физико-химическом анализе часто используют метод колориметрии для определения концентрации определяемого вещества.

Колориметрический метод - метод определения количества вещества по интенсивности окрашенного раствора.

Для нахождения неизвестной концентрации раствора предварительно определяют оптическую плотность растворов с известной концентрации и строят график зависимости  $D=f(c)$ , по которому, зная оптическую плотность исследуемого раствора, определяют его концентрацию.

Оптическая плотность (экстинкция) - мера ослабления света прозрачными объектами (кристаллы, стекла и т.д.) или отражения света непрозрачными объектами (фотография, металлы и т. д.).

Основной закон светопоглощения – закон Ламберта- Бугера – Бера показывает зависимость ослабление интенсивности света находится в от концентрации окрашенного вещества и от толщины слоя раствора.

$$D = \lg(I_0/I) = \varepsilon \cdot l \cdot c,$$

где  $I_0$  – интенсивность светового излучения на входе в раствор;

$I$  – интенсивность светового излучения на выходе из раствора;

$\varepsilon$  – коэффициент экстинкции (молярный коэффициент светопоглощения), зависящий от природы вещества и длины волны света; величина постоянная для данного окрашенного вещества;

$l$  - толщина слоя раствора;

$c$  – концентрация окрашенного вещества в растворе.

$\lg(I_0/I)$  – называется оптической плотностью раствора  $D$ .

Из закона Ламберта- Бугера - Бера следует, что оптическая плотность прямо пропорциональна концентрации окрашенного вещества и толщине слоя раствора.

Для определения оптической плотности раствора используют фотоколориметр (рис. 1а) и спектрофотометр (рис. 1б).



а)



б)

Рисунок 1 – Оптические приборы

Принцип действия этих приборов основан на поглощении молекулами окрашенного вещества части световой энергии. Чем больше в растворе окрашенных молекул, тем больше световой энергии будет поглощено.

#### *Правила работы на фотокolorиметре КФК 3-01*

1. Включить прибор в сеть. Тумблер включения на задней части прибора перевести в положение «On». Дать прибору прогреться в течение 15-20 минут.

2. В одну кювету налить до метки дистиллированную воду. Затем поставить её в ближнюю ячейку кюветодержателя. На внешних стенках кюветы не должно быть капель раствора и посторонних частиц, чтобы не искажалось светопропускание образца.

3. Во вторую кювету до метки налить исследуемый раствор и поставить в дальнюю ячейку кюветодержателя. Затем закрыть крышку кюветного отделения.

4. На индикаторной панели должен высветиться «0.000». Если этого не произошло, то нажать кнопку «Установка нуля».

5. Ручкой на передней панели установить необходимую длину волны.

6. Ручкой кюветодержателя передвинуть кюветы в кюветном отделении и снять показания оптической плотности, которые высветятся на индикаторной панели.

7. Перевести ручку кюветодержателя в первоначальное положение. Открыть кюветное отделение и вытащить кювету с исследуемым раствором. Содержимое кюветы вылить. Кювету помыть, сполоснуть дистиллированной водой, и оставить сушиться на фильтровальной бумаге.

8. Перевести тумблер на задней панели в положение «OFF», выключить прибор из розетки.

## **2. ИЗМЕРЕНИЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ**

Концентрацию раствора можно определить по величине его электропроводности.

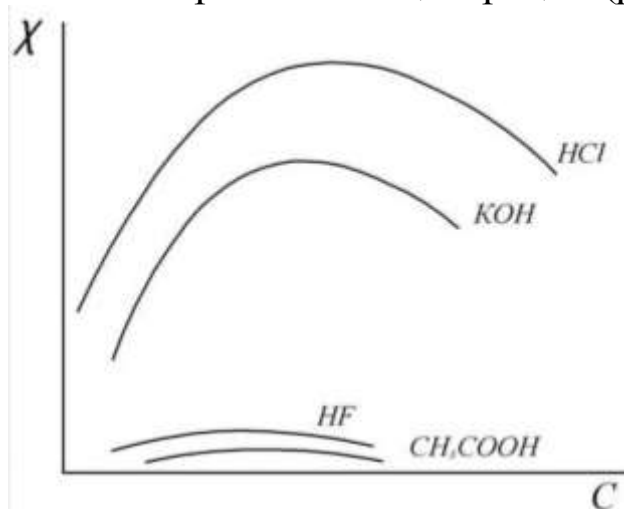
Количественной мерой способности электролита проводить электрический ток является удельная электропроводность, величина обратная удельному сопротивлению. Чем больше в растворе ионов, которые являются переносчиками заряда, тем больше его электропроводность.

Удельная электропроводность  $\sigma$  – электропроводность стол-

ба жидкости 1 м при поперечном сечении  $1\text{ м}^2$ . Единицы измерения, используемые в химии  $\text{См}\cdot\text{см}^{-1}$  или  $\text{мСм}\text{ см}^{-1}$ .

Удельная электропроводность возрастает практически линейно с ростом  $C_0$  примерно до  $0,01\text{М}$ . При более высоких концентрациях существенными становятся силы межионного взаимодействия, которые уменьшают подвижность ионов. Кроме того в концентрированных растворах возрастает вязкость среды, а в растворах слабых электролитов уменьшается степень диссоциации, что приводит к снижению роста количества ионов.

В результате удельная электропроводность, пройдя через максимум, начинает снижаться с ростом концентрации (рис. 2).



**Рисунок 2 – Зависимость удельной электропроводности от концентрации**

Для измерения электропроводности жидких сред используют кондуктометр (рис.3).



**Рисунок 3 – Кондуктометр -мультитест КСЛ-101**

*Правила работы на кондуктометре*

1. Включить прибор в розетку и тумблером на боковой стороне привести прибор в рабочее состояние.
2. Налить в стакан (на  $\frac{1}{2}$  его объема) анализируемый рас-



твор и поместить в него кондуктометрическую ячейку, предварительно протерев его фильтровальной бумагой.

3. Нажать на панели кнопку ввод и выбрать режим измерение. Затем нажать кнопку «0» и запустить таймер. После остановки таймера записать показания электропроводности.

4. Вынуть из раствора измерительную ячейку и тщательно её промыть и высушить.

5. Выключить прибор боковым тумблером, вынуть вилку из розетки.

### 3. ИЗМЕРЕНИЕ pH РАСТВОРОВ

Важной количественной характеристикой водного раствора служит водородный показатель, по величине которого можно определить концентрацию растворенного вещества.

Водородный показатель – отрицательный десятичный логарифм из активности (концентрации) ионов  $H^+$ :

$$\begin{aligned} \text{pH} &= -\lg a_{H^+} \\ \text{По аналогии} \quad \text{pOH} &= -\lg a_{OH^-} \\ \text{pH} + \text{pOH} &= 14 \end{aligned}$$

Уровни pH могут варьироваться в пределах от 0 до 14, где значения от 0 до 7 считаются кислотными, от 7 до 14 - щелочными, а значение  $\text{pH}=7$  является нейтральным.

Количественное различие между кислотными и щелочными веществами можно определить, измерив значения pH.

Измерение pH можно проводить прямым методом и косвенным (в процессе титрования).

Для измерения pH используют иономеры с подключенным стеклянным электродом и электродом сравнения (рис.4).



**Рисунок 4 – Иономер - мультитест ИПЛ-513 со стеклянным электродом**

Методика работы с pH метром аналогична методике приведенной для кондуктометра.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА «ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВЕЩЕСТВА С ПОМОЩЬЮ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ»

### Опыт 1 Метод колориметрии (метод калибровочного графика)

1. Получить у преподавателя колбу с раствором заданного вещества (табл. 1).

**Таблица 1- Задания для выполнения опыта**

№ варианта	0,5 М растворы вещества
1	CuSO <sub>4</sub>
2	CoCl <sub>2</sub>
3	NiSO <sub>4</sub>
4	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>

2. Измерить оптическую плотность для полученного раствора в диапазоне 350-800нм с шагом 10нм. Найти длину волны, при которой происходит максимальное поглощение.

3. Приготовить пять растворов соли с разной концентрацией: налить исходный раствор в бюретку и установить её в рабочее положение. В мерные колбы на 50мл налить из бюретки: в первую - 1; во вторую – 2,5; в третью – 5; в четвертую – 8; в пятую – 10мл. Долить водой до метки, закрыть колбы пробками и перемешать.

4. Рассчитайте концентрации  $c_2$  всех пяти приготовленных растворов по формуле:

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2$$

где  $c_1 = 0,5$  моль/л;

$V_1$  - объем исходного раствора, мл;

$c_2$  – концентрации приготовленных растворов, моль/л;

$V_2 = 50$ мл – объем мерной колбы.

Результаты занести в таблицу 2.

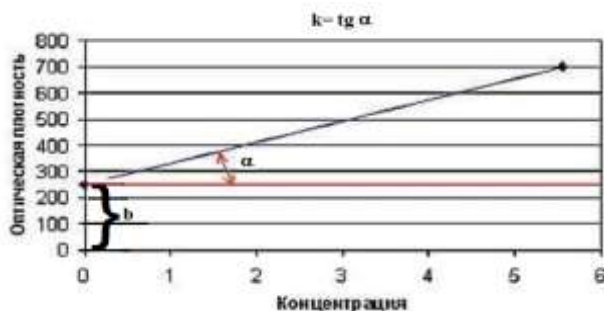
**Таблица 2 – Результаты эксперимента**

№ раствора	D(при $\lambda_{\max} = \dots$ нм)	Концентрация, моль/л
1		
2		
3		
4		
5		
контрольный		

5. Измерить на фотоколориметре оптические плотности приготовленных растворов, начиная с наименьшей концентрации, ис-

пользуя в качестве рабочей длину волны, найденную в п. 2. Результаты занести в таблицу 2.

6. По полученным данным построить график зависимости  $D=f(C)$ , который будет являться калибровочной кривой, и линеаризуйте его. Полученную зависимость аппроксимируют прямой (рис. 5), которая отвечает математической функции  $D=kc+b$ , где  $D$ - оптическая плотность,  $k$ - постоянная для данной зависимости, равная тангенсу угла её наклона;  $b$  – отрезок отсекаемый прямой на оси ординат.



**Рисунок 5 – Калибровочный график**

7. Колбу с задачей разбавить водой до метки, закрыть пробкой и перемешать. Измерить оптическую плотность полученного раствора, используя длину волны, найденную в п.2. Результаты занести в таблицу 2.

8. Определите концентрацию раствора контрольной задачи:

- по уравнению  $c=(D-b)/k$ ,

где  $k=tg(\Delta D/\Delta c)$

$b$ - отрезок, отсекаемый прямой на оси ординат

-по калибровочному графику. Результаты занести в таблицу 2.

Сравните полученные результаты между собой.

9. Проверьте правильность результата у преподавателя. Рассчитать абсолютную и относительную погрешность для найденной концентрации исследуемого раствора.

**Опыт 2** Метод кондуктометрии (метод калибровочного графика)

1. Получить у преподавателя колбу с раствором заданного вещества (табл. 3).

Таблица 3 – Задания для выполнения опыты

№ варианта	0,1 М растворы вещества
1	$H_2SO_4$
2	$HCl$
3	$BaCl_2$
4	$NaCl$

2. Приготовить пять растворов вещества с разной концентрацией. Для этого налить исходный раствор в бюретку и установить её в рабочее положение. В мерные колбы на 50мл налить из бюретки: в первую - 1; во вторую - 2,5; в третью - 5; в четвертую - 8; в пятую - 10мл. Долить водой до метки, закрыть колбы пробками и перемешать.

3. Рассчитайте концентрации  $c_2$  всех пяти приготовленных растворов по формуле:

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2$$

где  $c_1 = 0,1$  моль/л;

$V_1$  - объем исходного раствора, мл;

$c_2$  - концентрации приготовленных растворов, моль/л;

$V_2 = 50$ мл - объем мерной колбы.

Результаты занести в таблицу 4.

**Таблица 4 – Результаты эксперимента**

№ раствора	Электропроводность, мСм·см <sup>-1</sup>	Концентрация, моль/л
1		
2		
3		
4		
5		
контрольный		

4. Измерить на кондуктометре электропроводность приготовленных растворов, начиная с наименьшей концентрации. Результаты занести в таблицу 4.

5. По полученным данным построить график зависимости  $\sigma = f(C)$ , который будет являться калибровочной кривой, и линеаризуйте его.

6. Колбу с задачей разбавить водой до метки, закрыть пробкой и перемешать. Измерить электропроводность полученного раствора. Результаты занести в таблицу 4.

7. Определите концентрацию раствора контрольной задачи:

- по уравнению  $c = (\sigma - b) / k$ ,

где  $k = \text{tg}(\Delta\sigma / \Delta c)$

$b$  - отрезок, отсекаемый прямой на оси ординат

- по калибровочному графику. Результаты занести в таблицу 4.

Сравните полученные результаты между собой.

9. Проверьте правильность результата у преподавателя. Рас-

считать абсолютную и относительную погрешность для найденной концентрации исследуемого раствора.

**Опыт 3** *Метод рН-метрии (косвенный метод)*

1. Выданный для анализа раствор соляной кислоты разбавить водой до 100 мл в мерной колбе. Хорошо перемешать.

2. Аликвоту этого раствора в 25,00 мл (измерять пипеткой) перелить в стакан для титрования и добавить столько дистиллированной воды, чтобы электроды были погружены в раствор. Измерить начальное рН раствора. Результаты занести в таблицу 5.

**Таблица 5 – Результаты эксперимента**

Прилито 0,1н. NaOH, мл	$\Delta V$ , мл	рН	$\Delta pH$	$\Delta pH/\Delta V$

3. Бюретку заполнить 0,1н. раствором гидроксида натрия.

4. Оттитровать раствор HCl раствором щелочи, приливая из бюретки по 1,0 мл. После добавления каждой порции щелочи раствор перемешать, а затем измерить значение рН. Результаты занести в таблицу 5.

4. Построить график зависимости  $\Delta pH/\Delta V=f(\Delta V)$ . Максимум на этой кривой соответствует объему щелочи в точке эквивалентности.

5. Определить содержание кислоты /X/ в мг-экв по формуле:

$$X = C_n \cdot V \cdot 4 \cdot 36,5$$

где V- эквивалентный объем раствора гидроксида натрия, мл;

$C_n$  - нормальность раствора гидроксида натрия;

36,5 – молярная масса эквивалента HCl;

4 – множитель, учитывающий, что из 100 мл исходного раствора анализировалась  $\frac{1}{4}$  часть.

6. Проверьте правильность результата у преподавателя. Рассчитать абсолютную и относительную погрешность для найденной концентрации исследуемого раствора.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Коровин Н.В. Общая химия. Лабораторный практикум : учебное пособие / Н.В. Коровин, В.К. Камышова, Е.Я. Удрис ; под общ. ред. Н.В. Коровина. - М. : КНОРУС, 2015. - 336 с. - (Бакалавриат).
2. Основы аналитической химии в 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения: учебник для вузов / под ред. Ю.А. Золотова. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Высшая школа, 2002. – 351 с.
3. Физико-химические методы анализа: методические указания по выполнению лабораторных и самостоятельных работ по дисциплине «Аналитическая химия» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: В.С. Мальцева, А.В. Сазонова. Курск, 2011. 68 с.: ил. 11, табл. 9. Библиогр.: с. 68.
4. [http://image.websib.ru/04/text\\_article\\_point.htm?166](http://image.websib.ru/04/text_article_point.htm?166) (дата обращения: 29.10.2008)



