

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 02.07.2018

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eab0f75e943d14a4851fda56d089

# МИНОБРНАУКИ РОССИИ

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

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ:  
Проректор по учебной работе  
О.Г. Локтионова  
« 7 » 02 2018 г.

## Методы исследования в химической технологии

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Современные методы исследования в химической технологии» для студентов направления 18.04.01 - Химическая технология

Курск 2018

УДК 66.012.1

Составитель: С.Д. Пожидаева

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *Н.А. Борщ*

**Методы исследования в химической технологии:** методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Современные методы исследования в химической технологии» для студентов направления 18.04.01 - Химическая технология/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: С.Д. Пожидаева. Курск, 2018. 21 с. табл. 6, рис. 2.

Содержат методические указания к выполнению лабораторных работ.

Методические указания соответствуют требованиям программы для магистров направления 18.04.01 - Химическая технология

Методические указания соответствуют требованиям программы.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 07.02.18. Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 1,0 Уч.-изл. 0,9 Тираж 50 экз. Заказ. 619 Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## Содержание

	стр
Введение	3
Лабораторная работа №1. Использование спектрофотометрических методов анализа для контроля хода процесса	4
Лабораторная работа № 2. Определение методом отгонки определяемого компонента в виде летучего соединения с последующим определением массы отогнанного вещества.	6
Лабораторная работа № 3 Использование потенциометрии для контроля процесса.	9
Лабораторная работа № 4. Использование измерения вязкости как критерия момента прекращения процесса	13
Лабораторная работа № 5 Кинетические методы анализа	15
Библиографический список	19

### Введение

Методические указания предназначены для формирования у студентов представлений о принципиальных основах, практических возможностях и ограничениях современных методов исследования функциональных материалов; в том числе и для решения обратных задач, т.е. определения искомых параметров объектов исследования.

Представленные работы позволят ознакомиться с аппаратным оснащением и условиями проведения эксперимента, процессами интерпретации и грамотного оценивания экспериментальных данных, схемами и методиками проведения эксперимента и получение навыков оптимального выбора метода исследования для решения поставленных задач.

Выполнение работ и обработка результатов помогут закрепить теоретические знания по дисциплине.

В методических указаниях излагаются требования к подготовке и проведению лабораторных работ, написанию отчета в плане его построения и оформления. Каждая лабораторная работа содержит описание порядка выполнения эксперимента, используемого в работе оборудования и принцип его работы, методы обработки и

анализа полученных результатов работы.

## **Лабораторная работа №1** **Использование спектрофотометрических методов анализа** **для контроля хода процесса**

Цель работы: на примере предложенной реакции, получить данные, необходимые для определения константы скорости химической реакции и определения предполагаемого времени окончания процесса.

Спектрофотометрические методы относят к наиболее распространенным методам, используемым в химической технологии для анализа, в том числе и для получения кинетических характеристик процесса. Особенностью данного метода анализа является отсутствие необходимости построения калибровочных кривых, поскольку можно при расчетах оперировать сразу данными оптической плотности, что облегчает получение данных по процессу и придает ему технологическую привлекательность за счет экспрессности.

В качестве объекта исследования выбрано окисление аскорбиновой кислоты в кислой среде гексацианоферратом (III) по уравнению:



В зависимости от соотношения исходных концентраций аскорбиновой кислоты и гексацианоферрата (III) реакция может протекать по I-му или II-му порядку.

За скоростью реакции можно следить по изменению оптической плотности раствора гексацианоферрата (III) во времени.

*Оборудование:* фотоколориметр КФК-2, набор кювет.

### **Порядок выполнения работы**

1. В стакане на 100 мл смешать 1 мл 5% раствора HCl, 2 мл 3,5% раствора  $K_3[Fe(CN)_6]$  и 2 мл 3,5% раствора аскорбиновой кислоты. Быстро перемешать, перенести в кювету фотоэлектроколориметра и определить оптическую плотность  $D_0$ . Содержание  $[Fe(CN)]^{3-}$  определяется на фотоэлектроколориметре при длине волны 400-450 нм.

Время определения величины  $D_0$  принять за начало реакции.

2. Фиксировать оптическую плотность  $D_\tau$  через определенные промежутки времени (с) в таблице 1, учитывая, что реакция относится к категории быстрых.

Таблица 1 – Форма записи полученных и расчетных значений

№ п/п	Время от начала опыта, с	Оптическая плотность	$K_I$	$K_{II}$
1.	$\tau_1$			
2.	$\tau_2$			
...				
n	$\tau_n$			

3. Изменив соотношение исходных компонентов, повторить указанный эксперимент.

4. Рассчитать константу скорости реакции выбранных соотношений и определить принадлежность к кинетическим уравнениям реакций I-го и II-го порядков.

$$\hat{E}_I = \frac{1}{\tau} \ln \frac{D_0}{D_\tau} \quad (1)$$

$$\hat{E}_{II} = \frac{1}{t} \cdot \frac{D_0 - D_\tau}{D_0 \cdot D_\tau}, \quad (2)$$

где  $D_0$  - оптическая плотность в начальный момент (величина пропорциональна начальной концентрации  $C_0$ );  $D_\tau$  - оптическая плотность в данный момент (величина пропорциональна  $C_\tau$ );  $\tau$  - время от начала реакции, с.

5. Сделать вывод о порядке реакции, сопоставив значения констант скоростей реакции, рассчитанных по кинетическим уравнениям реакций I и II порядков.

5. Вычислить время проведения процесса при увеличении начальной концентрации гексацианоферрата (III) калия в 10 раз при степени его превращения 95%.

#### *Вопросы для защиты лабораторной работы*

1. Действие каких факторов может привести к нарушению линейной зависимости оптической плотности от концентрации раствора?
2. Охарактеризуйте особенности спектрофотометрии в ультрафиолетовой области спектра.
3. В чём сущность и назначение нулевых растворов и растворов

сравнения?

4. Назовите основные узлы приборов для анализа по светопоглощению. Каково назначение каждого из этих узлов?

5. Рассчитайте минимально определяемую массу (в мг) железа(III) по реакции с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при использовании кюветы с толщиной слоя 5 см, объём окрашенного раствора равен  $5 \text{ см}^3$ , коэффициент молярного поглощения равен 4000, минимальная оптическая плотность, измеряемая прибором, составляет 0,01.

6. Фотометрический метод анализа. Законы поглощения света: закон Ламберта-Бугера-Бера, правило аддитивности абсорбции.

7. Физический смысл коэффициента экстинкции и способы его определения.

8. Графическое изображение зависимости абсорбции от концентрации раствора.

9. Причины, вызывающие отклонение от закона Ламберта-Бугера-Бера.

10. Чувствительность фотометрического метода анализа.

11. Метод собственного поглощения и метод реагентов, область их применения.

12. Метод «обычной» и дифференциальной фотометрии.

13. Относительный способ измерения абсорбции растворов.

14. Абсорбционные светофильтры, их характеристики и способы выбора.

15. Источники ультрафиолетового и видимого излучения, их устройство.

## **Лабораторная работа №2**

### **Определение методом отгонки определяемого компонента в виде летучего соединения с последующим определением массы отогнанного вещества.**

Цель работы: по объему выделившегося газа определить количество вещества.

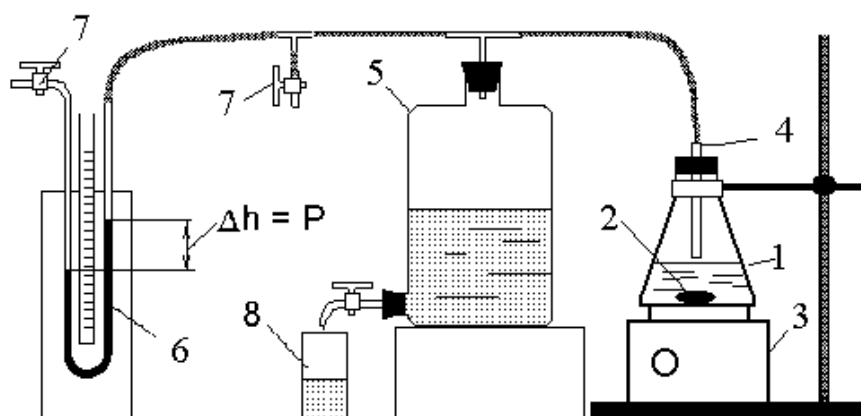
Метод используется в том случае, если анализируемое вещество разлагается или реагирует с выделением легколетучего соединения, объем которого легко измерить. По количеству прореагировавшего вещества определить его эквивалентную массу и сделать

вывод о природе исходного вещества, если оно реагирует полностью или определить степень превращения реагента в недостатке.

*Оборудование:* собранная по схеме рисунка 1 лабораторная установка для волюмометрического определения, весы аналитические, перемешивающее устройство типа мешалки.

### Порядок выполнения работы

1. Собрать установку по схеме рисунка 1. Количество



1 – реактор с перемешиванием магнитной мешалкой; 2 – тело вращения, 3 – магнитная мешалка; 4- гибкий шланг, соединяющий реактор водяным аспиратором; 5 - водяной аспиратор; 6 - дифференциальный манометр; 7 – краны, регулирующие сбросы в атмосферу; 8 – стакан

Рисунок 1 - Принципиальная схема лабораторной установки

образующегося газа фиксируется по изменению уровня жидкости в вертикальном манометре (6). Манометр снабжен краном 7, который соединяет установку с атмосферой. При подготовке к опыту кран 7 открыт, когда приступают к выполнению опыта, его закрывают.

2. Получить у преподавателя (научного руководителя) допуск к работе и навеску исследуемого вещества.

3. Провести загрузку реакционной смеси в реактор, выполнить необходимые операции, позволяющие запустить протекание химической реакции в заданном температурном режиме, перекрыть краны (7), включить перемешивание и этот момент зафиксировать как начало эксперимента (сделать запись).

4. По ходу опыта следить за уровнем жидкость в  $\Delta h$  в дифференциальном манометре (6), поддерживая его постоянным  $\Delta h \rightarrow 0$  за счет выливания соответствующего объема жидкости из водяного аспиратора.

ратора (5) в стакан (8).

5. Фиксировать количество выделяющегося газа, измеряя объем воды через определенные промежутки времени. Получаемые результаты заносить в таблицу 2.

Таблица 2 - Результаты выполнения эксперимента

Время проведения замера (по часам)	Время от начала эксперимента, мин	Объем выделившегося газа, мл	Количество газа, моль

6. Измерения проводить до тех пор, пока уровень жидкости  $\Delta h$  в дифференциальном манометре не перестанет изменяться.

7. По завершении эксперимента опыт прекратить. Для этого выключить магнитные мешалки, отсоединить реактор (1), содержимое его вылить в специально предназначенную емкость, реактор тщательно вымыть и высушить.

8. По завершении всех этих работ привести рабочее место в полный порядок, сдать его преподавателю (старшему лаборанту).

9. По общему количеству выделившегося газа определить количество вещества в навеске.

10. Определить эквивалентную массу вещества и сделать вывод о природе вещества, если оно реагирует полностью или определить степень превращения реагента в недостатке.

#### *Вопросы для защиты лабораторной работы*

1. Задачи производственной лаборатории по исследованию свойств сырья, материалов и продуктов

2. Структура и штаты производственной лаборатории по исследованию свойств сырья, материалов и продуктов

3. Функции производственной лаборатории по исследованию свойств сырья, материалов и продуктов.

4. Основные разделы регламента, отвечающие за качество сырья, полупродуктов и готовой продукции.

5. Физико-химические показатели производимой продукции и их характеристики в технологическом регламенте или заменяющем его аналоге.

6. Характеристика сырья, материалов и полупродуктов в технологическом регламенте.

7. Нормы и требования, которым должны соответствовать физико-химические показатели получаемого продукта
8. Прием и хранения сырья на производстве
9. Использование рецептуры для обоснования состава поступающего сырья и норм его хранения.
10. Методы контроля при анализе качества продукции

### Лабораторная работа №3

#### Использование потенциометрии для контроля процесса.

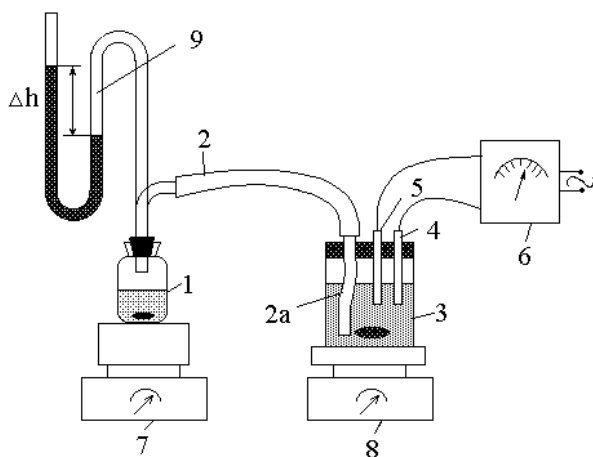
Цель работы: без отбора проб реакционной смеси по объему выделившегося  $\text{CO}_2$  в газовой фазе и определить содержание гидрокарбоната кальция на примере превращение гидрокарбоната кальция в карбонат потенциометрическим методом



*Оборудование:* собранная по схеме рисунка 2 лабораторная установка, потенциометр; магнитные мешалки, весы аналитические

#### Порядок выполнения работы

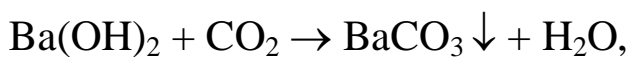
1. Собрать установку по схеме рисунка 2.



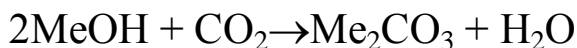
1 – реактор с перемешиванием магнитной мешалкой; 2 – гибкий шланг, соединяющий реактор с абсорбером; 3 – абсорбер с перемешиванием магнитной мешалкой; 4,5 – стеклянный и хлорсеребряный электроды; 6 – иономер (рН-метр); 7,8 – магнитные мешалки; 9 – дифференциальный манометр; 2а – барботер.

Рисунок 2 - Принципиальная схема лабораторной установки

Выделяющийся в реакторе (1) (плоскодонном сосуде с разумно минимальным объемом газового пространства)  $\text{CO}_2$  поступает в барботер абсорбера (3), заполненного раствором щелочи известной концентрации. В качестве щелочи можно использовать  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ,  $\text{KOH}$  или  $\text{NaOH}$ . В случае  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  протекает реакция



что удобно из-за плохой растворимости  $\text{BaCO}_3$  в воде. Для  $\text{MeOH}$  имеем



Контроль расхода щелочи ведется путем измерения рН системы. Начальный рН абсорбента и загрузка реакционной смеси в реактор (1) подбираются таким образом, чтобы протекание рассматриваемой реакции сопровождалось на всех своих этапах четкими и хорошо фиксируемыми изменениями рН. При этом обращается внимание на величину  $\Delta h$  в дифференциальном манометре (9), колена которого заполнены практически не поглощающей  $\text{CO}_2$  жидкостью.

Абсорбер (3) снабжен крышкой, в теле которой укреплены измерительные электроды (4) и (5) и барботер (2а). Погружение барботера подбирается таким образом, чтобы исключить проскок  $\text{CO}_2$  через слой щелочи в абсорбере (3) и при этом не требовать наличия повышенных значений  $\Delta h$  в системе.

Барботер (2а) следует сделать подвижным (в крышке абсорбера) с целью обеспечения нормальной его работы: выход пузырька газа должен быть облегченным. Иными словами, по мере протекания процесса барботер следует периодически поднимать, тем самым уменьшая слой жидкости, а, следовательно, необходимое для преодоления его сопротивления значения  $\Delta h$ . В пределах можно использовать и варианты поглощения  $\text{CO}_2$  зеркалом движущейся поверхности раствора щелочи, т.е. вообще отказаться от барботажа. Но в этом случае крышка абсорбера (3) должна обеспечивать хорошую герметичность системы. Достоинства и недостатки каждого из предложенных вариантов следует оценить на практике в процессе выполнения конкретных работ.

Следует иметь в виду то обстоятельство, что в начальный период времени система содержит определенное количество находящегося в газовом пространстве воздуха (этот объем подлежит измерению!).  $\text{CO}_2$ , как значительно более тяжелый газ, этот воздух будет вытеснять, что можно видеть по проскакиванию пузырьков газа через слой жидкости в абсорбере (3). По мере этого процесса количество проскакивающих пузырьков все время будет умень-

шаться и со временем они исчезнут совсем. Здесь нужно внимательно следить за заполнением барботера (2а) и подвода (2) жидкостью как результат того, что поглощение  $\text{CO}_2$  перестает компенсироваться выделением его за счет реакции в реакторе (1). Поэтому при первых же признаках такого явления барботер (2а) следует поднять выше уровня жидкости в абсорбере (3).

2. Получить у преподавателя допуск к работе и подробное задание на эксперимент.

3. Подготовить к работе иономер (6), ввести абсорбент в абсорбер (3), убедиться, что показания иономера отвечают расчетному значению содержания щелочи в абсорбенте (при рабочем перемешивании магнитной мешалкой).

4. Провести загрузку реакционной смеси в реактор (1), выполнить необходимые операции, позволяющие запустить протекание химической реакции в заданном температурном и прочем режиме и этот момент зафиксировать как начало эксперимента (сделать запись).

Следить за состоянием  $\Delta h$  в дифференциальном манометре (9) и одновременно за проскоком пузырька воздуха из барботера (2а) через слой жидкости в абсорбере (3). Если  $\Delta h > 10$  см, а проскока не наблюдается, начать уменьшать степень погружения барботера (2а). Последнее следует делать до тех пор, пока не будет происходить отрыв пузыря от конца барботера при  $\Delta h \approx 4-5$  см. Оптимальное значение  $\Delta h$  определяется в процессе работы и может выходить за границы указанного интервала.

5. В фиксируемые моменты времени проводить измерение рН абсорбера в (3) и получаемые результаты заносить в таблицу 3.

Таблица 3 - Результаты измерения изменения рН раствора

Время проведения замера (по часам)	Время от начала эксперимента, мин	$\Delta h$ , мм	рН	$n_{\text{CO}_2}$ , моль	$C_{\text{CO}_2}$ , моль/л или моль/кг	Примечания

При необходимости либо в случае повышенной целесообразности можно установить прибор для автоматической записи  $\text{pH} = f(\tau)$ . В этом случае столбец рН заполняется путем съема данных с автоматически записанной кривой.

6. На завершающих этапах выделения реакционного  $\text{CO}_2$   $\Delta h$

будет постепенно уменьшаться, проходить через нуль и даже менять свой знак на противоположный. В этот период в качестве определенного противодействия следует уменьшать степень погружения барботера (2а) вплоть до полного вытаскивания его из слоя жидкости- абсорбента. В противном случае можно допустить затягивание абсорбента в систему вплоть до попадания в реактор (1). Естественно подвод (2) должен определенным образом возвышаться над уровнем расположения реактора (1).

7. По завершении всей программы эксперимента опыт прекратить. Для этого выключить магнитные мешалки, отсоединить реактор (1), содержимое его вылить в специально предназначенную емкость для последующих балансовых и прочих исследований. Затем снять крышку абсорбера (3) с электродами и барботером и опустить в аналогичную емкость с дистиллированной водой для промывки. Содержимое абсорбера профильтровать, отделить осадок  $\text{BaCO}_3$ . Осадок и фильтрат переработать в соответствии с указаниями преподавателя (научного руководителя) или с дополнительной инструкцией.

После всех этих операций реактор и абсорбер тщательно вымыть и высушить. По завершении всех этих работ привести рабочее место в полный порядок, сдать его преподавателю (старшему лаборанту) и приступить к обработке экспериментальных данных.

8. Заполнить все расчетные столбцы таблицы 6. Для этого для выбранных времен проведения замеров  $\tau_1, \tau_2, \tau_3$  и т.д. найти значения  $\Delta\text{pH}_i$ :

$$\Delta\text{pH}_1 = \text{pH}_0 - \text{pH}_{\tau_1} \quad (3)$$

$$\Delta\text{pH}_2 = \text{pH}_0 - \text{pH}_{\tau_2} \quad (4)$$

$$\Delta\text{pH}_3 = \text{pH}_0 - \text{pH}_{\tau_3} \quad (5)$$

и т.д.

Далее пересчитать по величине  $\Delta\text{pH}_i$  количество прореагировавшей щелочи и  $\text{CO}_2$  соответственно.

2. По количеству выделившегося газа определить содержание гидрокарбоната в водопроводной воде.

### *Вопросы для защиты лабораторной работы*

1. Принцип методов потенциометрического анализа. Уравнение Нернста.

2. Разновидности методов потенциометрического анализа.
3. Схему установки для прямой потенциометрии.
4. Индикаторные электроды и электроды сравнения, применяемые в прямой потенциометрии.
5. Сущность определения концентрации вещества методом прямой потенциометрии с помощью градуировочного графика.
6. Сущность определения содержания фторид-иона в растворе методом прямой потенциометрии с применением фторидселективного электрода.
7. Какой электрохимический параметр измеряют при определении вещества методом прямой потенциометрии?
8. Приведите схему установки для определения вещества методом прямой потенциометрии.
9. Как устроены:
  - а) насыщенный каломельный электрод;
  - б) насыщенный хлорсеребряный электрод?
10. В чем сущность потенциометрического определения вещества методом градуировочного графика?

#### **Лабораторная работа №4**

##### **Использование измерения вязкости как критерия момента прекращения процесса**

Цель работы: ознакомление с реологическими методами исследования и возможностью использования измерения вязкости как критерия прекращения процесса.

Оборудование: вискозиметр, весы аналитические, бисерная мельница или высокооборотная мешалка для проведения процесса, сопровождающегося накоплением твердой фазы в системе.

Протекание процесса приводит к изменению как состава, так и свойств реакционной смеси. При этом объемная фаза меняется гораздо в большей степени: одни компоненты расходуются, другие, наоборот, образуются. Как следствие, меняются как состав, так и массы твердых фаз и раствора, вплоть до крайних вариантов: исчезновения одних твердых фаз и появления других.

Если продуктами разрушения металлов являются плохо растворимые в объемной фазе соединения, то спустя непродолжитель-

ное время от начала процесса, образующиеся продукты превращения начинают накапливаться в твердой фазе, что существенно изменяет физические свойства объемных фаз реакционной смеси, прежде всего, их вязкости.

Момент появления твердых фаз индивидуальных (комбинированных) продуктов в разных процессах разный: часто твердая фаза продукта(ов) появляется уже с начала протекания химического процесса; в большинстве же случаев объемная фаза становится суспензией продукта(ов) при степенях превращения реагента в недостатке 40-50% и более.

Вначале видимые изменения физических характеристик объемных фаз весьма незначительные. Затем наступает, причем часто неожиданно, момент, когда реакционная смесь быстро превращается в: вязкий раствор; загущенную суспензию; тестоподобную массу; клее- или резиноподобную массу.

В отмеченное многообразие фазовых состояний конечных реакционных смесей связано с разными массообменными процессами между меняющейся по составу жидкой фазой и накапливающейся по ходу процесса твердой фазой продуктов - это водо- и маслопоглощение, различные варианты адсорбции, гигроскопичность и различные аналоги с органическими компонентами, образование заполненных жидкостью микрообъемов, осмос и т. д. Они встречаются в разных комбинациях и сочетаниях друг с другом и во многом определяют специфику и динамику изменения вязкости по ходу процесса.

### **Порядок выполнения работы**

Получить у преподавателя задание на эксперимент. Процесс должен сопровождаться увеличением вязкости системы. По ходу процесса отбирать пробы для измерения вязкости системы. По результатам измерения построить график изменения вязкости системы.

Параллельно с отбором проб для измерения вязкости, вести отбор проб на оценку степени превращения процесса по убыли содержания исходных реагентов или по накоплению продуктов в исходной смеси. Кривые изменения вязкости и степени превращения во времени нанести на одном графике.

### *Вопросы для защиты лабораторной работы*

1. Реологические методы анализа. Вязкость продуктов.
2. Использование реологических методов для определения структурно-механических свойств.
3. Приборы и аппаратура, применяемые для определения структурно-механических характеристик.
4. Использование реологических методов анализа.
5. Реологические методы анализа. Структурно-механические свойства.
6. Капиллярные и ротационные вискозиметры.
7. Классификация неньютоновских жидкостей.
8. Коэффициент вязкости и его размерность.
9. Методы исследования кривых течения жидких и жидкообразных систем.
10. Свойства бингамовских пластических, псевдопластических и дилатантных жидкостей, их общие свойства и кривые течения.

### **Лабораторная работа № 5**

#### **Кинетические методы анализа**

Цель работы: познакомиться с кинетическими методами анализа.

Анализ с помощью кинетических методов выполняется быстро и просто, без применения сложных приборов. Кинетическим методом можно определить свыше 40 элементов периодической системы с погрешностью, не превышающей  $\pm 10\%$  (отн.). В некоторых случаях кинетические методы обладают достаточной специфичностью, однако, как правило, их специфичность не высока. Специфичность каталитических реакций повышают путем маскировки каталитически активных примесей при введении в анализируемый раствор соответствующих реагентов. Наиболее ценной особенностью кинетических методов является возможность определения элементов при их содержании  $10^{-8}$ ... $10^{-6}$  мкг, что превосходит соответствующую характеристику спектрального, спектрофотометрического, потенциометрического и многих других методов анализа.

*Оборудование:* фотоколориметр КФК-2, весы аналитические, .

## Порядок выполнения работы

1. Выбор светофильтра. В предварительно вымытую мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$  отбирают пипеткой исходные растворы хлорного железа (5 мл), роданида калия (10 мл), тиосульфата натрия (10 мл), объем колбы доводят дистиллированной водой до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Подготавливают две кюветы, одну заполняют приготовленным раствором, другую – дистиллированной водой. Помещают кюветы в кюветное отделение и измеряют абсорбцию раствора со всеми светофильтрами фотоколориметра. Выбирают светофильтр, при котором абсорбция раствора максимальна.

2. Подбирают оптимальную концентрацию катализатора (объем стандартного раствора сульфата меди). Время протекания химической реакции должно составлять 20 мин. Приготавливают стандартные растворы с различным содержанием катализатора. В каждую колбу вместимостью 50 мл отбирают раствор хлорного железа (5 мл), роданида калия (10 мл), тиосульфата натрия (10 мл) и раствор сульфата меди, например, в первую колбу – 0,8 мл и проводят фотометрирование; во вторую – 0,9 мл; и в третью – 1,0 мл и т.д. Исходный раствор катализатора сульфата меди следует разбавить в 10 раз. После добавления катализатора включают секундомер, затем доводят объем колбы дистиллированной водой до метки, закрывают пробкой, быстро и тщательно перемешивают. Заполняют кювету раствором, затем помещают ее в кюветное отделение фотоколориметра и измеряют абсорбцию через каждую минуту, записывают результаты в таблицу 4. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Измерения заканчивают при абсорбции раствора, меньшей 0,1 отн.ед.

Таблица 4- Выбор оптимальной концентрации катализатора

Объем катализатора $\text{CuSO}_4$ , $\text{см}^3$					
$V_1$		$V_2$		$V_3$	
Время, мин	Абсорбция, отн.ед.	Время, мин	Абсорбция, отн.ед.	Время, мин	Абсорбция, отн.ед.
1					
2					
...					
20					

Если время протекания реакции превышает 20 мин (при  $V_1=0,8$  см<sup>3</sup>), то необходимо приготовить второй стандартный раствор с большей концентрацией катализатора, если время – меньше, то соответственно следует уменьшить концентрацию катализатора.

3. Приготавливают поочередно серию стандартных растворов в мерных колбах вместимостью 50 мл, согласно таблице 5. Объем стандартного раствора катализатора следует взять по результатам таблицы 4. Растворы приготавливают поочередно, после добавления катализатора включают секундомер, затем доводят объем колбы дистиллированной водой до метки.

Таблица 5 - Состав стандартных растворов

№ колбы	Объем реактива, мл			
	FeCl <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> CNS	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CuSO <sub>4</sub>
1	5	10	8	
2	5	10	9	
3	5	10	10	
4	5	10	11	

4. Заполняют кювету сначала первым стандартным раствором и проводят измерение абсорбции через каждую минуту относительно дистиллированной воды на выбранном светофильтре. Затем приготавливают и фотометрируют второй раствор, третий и т.д., результаты заносят в таблицу 6.

Таблица 6 – Результаты эксперимента

Стандартные растворы, моль/дм <sup>3</sup>													Анализируемый раствор	
C <sub>1</sub>			C <sub>2</sub>			C <sub>3</sub>			C <sub>4</sub>					
τ, мин	A	-lgA	τ, мин	A	-lgA	τ, мин	A	-lgA	τ, мин	A	-lgA	τ, мин	A	-lgA
1														
2														
3														

5. Получают анализируемый раствор тиосульфата натрия у лаборанта в мерную колбу вместимостью 50 мл, добавляют те же реактивы, что и при приготовлении стандартных растворов, затем

катализатор (одновременно включают секундомер), доводят дистиллированной водой до метки. Затем заполняют кювету анализируемым раствором и измеряют абсорбцию через каждую минуту. Результаты заносят в таблицу 6.

6. По окончании работы, выключают фотоколориметр, моют посуду, приводят рабочее место в порядок.

7. Расчет концентрации приготовленных стандартных растворов тиосульфат-ионов

$$C_{ст} = \frac{V_{исх.ст.р-ра} \cdot C_{исх.ст.р-ра}}{V_{пробы}} \quad (6)$$

где  $C_{исх.ст.р-ра}$  – концентрация исходного стандартного раствора тиосульфат-иона, моль/дм<sup>3</sup>;  $C_{ст}$  – концентрация, приготовленного раствора в колбе, моль/дм<sup>3</sup>;  $V_{исх.ст.р-ра}$  – объем исходного стандартного раствора, дм<sup>3</sup>;  $V_{к}$  – объем колбы, дм<sup>3</sup>.

8. По результатам эксперимента строят графики в координатах ( $-\lg A$  – время)

2) Графики строятся по результатам (таблица 6) для стандартных растворов и анализируемого раствора. По графикам определяют тангенсы угла наклона прямолинейных зависимостей ( $\operatorname{tg} \alpha$ ) – концентрация стандартных растворов и по нему определяют концентрацию тиосульфат-иона в анализируемом растворе.

#### *Вопросы для защиты лабораторной работы*

1. Кинетические методы анализа.
2. Индикаторная реакция, индикаторное вещество.
3. Требования к реакциям в кинетических методах анализа.
4. Зависимость скорости реакции от различных параметров.
5. Методы расчета концентраций: Метод тангенсов.
6. Методы расчета концентраций: Метод фиксированной концентрации.
7. Методы расчета концентраций Метод добавок.
8. Методика определения тиосульфат-ионов на КФК-2.
9. Подбор оптимальной концентрации катализатора ( $\text{CuSO}_4$ ).
10. Блок-схема фотоколориметра КФК-2, выбор светофильтра.

## Библиографический список

1. Основы аналитической химии. Химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Мовчан, Р.Г. Романова, Т.С. Горбунова, И.И. Евгеньева. - Казань: КНИТУ, 2012. - 195 с. -
2. Лебухов В. И. Физико-химические методы исследования [Текст] : [учебник] / под ред. А. И. Окара. - Санкт-Петербург : Лань, 2013. - 480 с.
3. Сажин С. Г. Приборы контроля состава и качества технологических сред [Текст] : учебное пособие / С. Г. Сажин. - СПб. ; М. ; Краснодар : Лань, 2013. - 432 с.
4. Ревинская Е.В. Тест-методы в полевом анализе [Электронный ресурс]: практикум / Е.В. Ревинская, А.Л. Лобачев, И.В. Лобачева. - Самара: Изд-во «Универс-групп», 2005. - 32 с.
5. Спектральные методы анализа [Текст] : практическое руководство : учебное пособие для студентов вузов, обучающихся по специальности ВПО "Фундаментальная и прикладная химия" / В. И. Васильева [и др.] ; под ред. В. Ф. Селеменева и В. Н. Семенова. - Санкт-Петербург : Лань, 2014. - 412 с.
6. Кондрашкова Г. А. Метрологическое обеспечение систем контроля и управления [Электронный ресурс]: учебное пособие / Г.А. Кондрашкова, И.В. Бондаренкова, А.В. Черникова. - 2-е изд., перераб. - СПб. : СПбГТУРП, 2011. - 132 с.