

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 18.02.2025 07:59:21
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

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

« 10 » 02

18.02.2025 г.



УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ
Методические указания по выполнению лабораторных работ и для
самостоятельной работы студентов направлений подготовки
18.03.01

Курск - 2025

УДК 547

Составители: Е.А. Фатьянова

Рецензент

кандидат технических наук, доцент *И.В. Савенкова*

Учебно-исследовательская работа студентов: Методические указания по выполнению лабораторных работ и для самостоятельной работы студентов направления подготовки 18.03.01/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Е.А. Фатьянова. - Курск, 2025. – 31с. – Библиогр.: с. 29.

Предназначены для подготовки к лабораторным работам, проводимым в курсе «Учебно-исследовательская работа студентов», а также для самостоятельной обработки и представления результатов, полученных при выполнении лабораторного практикума. Содержат описание лабораторных работ, требования к обработке результатов и их представлению в форме отчета.

Методические указания предназначены для студентов направления подготовки 18.03.01 Химическая технология.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 10.02.25. Формат 60*84 1/16.

Усл.печ.л. 1,8 . Уч.-изд. л. 1,6 . Тираж 100 экз. Заказ 121. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040 Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Содержание

Введение	4
Основные химические операции: калибровка посуды	5
Основные химические операции: взвешивание	7
Основные химические операции: нагревание	8
Основные химические операции: фильтрование	8
Основные химические операции: приготовление растворов	10
Вопросы для самоподготовки	12
Лабораторная работа «Калибровка посуды»	13
Лабораторная работа «Ознакомление с некоторыми операциями химического анализа»	16
Физико-химические методы анализа	19
Определение оптической плотности растворов	20
Измерение электропроводности	22
Измерение рН растворов	23
Вопросы для самоподготовки	24
Лабораторная работа «Определение концентрации вещества методом колориметрии»	25
Лабораторная работа «Метод кондуктометрии»	27
Лабораторная работа «Метод рН-метрии»	29
Список рекомендуемой литературы	30
Приложение	31

Введение

Дисциплина «Учебно-исследовательская работа» ориентирована на выработку умений и навыков выполнения наиболее базовых операций и методов химического эксперимента. Освоение данной дисциплины позволит осознанно решать задачи в области химической науки, более успешно осваивать другие химические дисциплины, заниматься научно-исследовательскими изысканиями.

Данные методические указания предназначены для подготовки к лабораторным работам, проводимым в курсе «Учебно-исследовательская работа студентов», а также для самостоятельной обработки и представления результатов, полученных при выполнении лабораторного практикума.

Методические указания содержат теоретический материал, описание лабораторных работ, требования к обработке результатов и их представлению в форме отчета, вопросы для самоподготовки и список рекомендуемой литературы.

Теоретический материал содержит базовую информацию по наиболее востребованным методам и операциям химического и физико-химического эксперимента. При выполнении лабораторного практикума вырабатываются навыки выполнения указанных операций и методов, умений их выбора для решения конкретной практической задачи.

К лабораторным занятиям студенты готовятся заранее, изучая теоретический материал, методику выполнения эксперимента и требования к отчёту.

ОСНОВНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ ОПЕРАЦИИ: КАЛИБРОВКА ПОСУДЫ

Ежедневно в фармацевтических, химических, пищевых производствах и лабораториях используют сосуды для быстрого и точного дозирования или отбора жидких и сыпучих реактивов. Измерение необходимого количества реактива проводят специальными емкостями с градуировкой, которая показывает точную вместимость емкости. Фактическая вместимость мерной посуды может отличаться от величины, указываемой изготовителем. Истинную вместимость определяют калиброванием. Точность определения составляет сотые доли миллилитра.

Калибровка проводится путем определения массы чистой воды, заполняющей указанный на посуде объем, или воды, вылитой из нее. По массе воды и плотности устанавливают объем мерной посуды. Значение плотности воды при данной температуре берут из справочника.

Определение объема мерной посуды осложняется тем, что объем стеклянной посуды, а также плотность воды изменяются с изменением температуры. Кроме того, взвешивание приходится проводить не в пустоте, а в воздухе.

Для приведения объема воды к объему, занимаемому ею при 20°C, пользуются данными таблицы 1, в которой учтены поправки на тепловое расширение воды и стекла посуды, а также на различие плотностей воды и равновесия при взвешивании на воздухе латунным равновесом (средняя плотность латуни 8,4 г/см³). Температура 20°C принята за стандартную, поэтому все объемы и массы путем расчета приводят к этой температуре.

Если атмосферное давление не совпадает с табличными данными, а имеет какое-либо промежуточное значение, то берут наиболее близкое его значение. Ошибка в измерении температуры на 1°C приводит к ошибке в определении вместимости сосуда примерно на 0,02%.

В таблице 2 приведены пределы погрешностей, допустимые для стеклянной посуды 1-го класса. Для посуды второго класса допустимые пределы погрешностей увеличены вдвое.

Таблица 1 – Плотность воды при разных температурах и давлениях

$t, ^\circ\text{C}$	<i>Плотность воды, г/л (при 20⁰С)</i>			
	<i>101,1кПа (760мм.рт.ст)</i>	<i>98,4кПа (740мм.рт.ст)</i>	<i>95,7 кПа (720мм.рт.ст)</i>	<i>932 кПа (700мм.рт.ст)</i>
16	997,80	997,83	997,86	997,88
17	997,65	997,68	997,71	997,73
18	997,51	997,54	997,57	997,59
19	997,34	997,37	997,40	997,42
20	997,18	997,21	997,24	997,26
21	997,00	997,03	997,06	997,08
22	996,80	996,83	996,85	996,88
23	996,61	996,64	996,67	996,69
24	996,39	996,42	996,45	996,47
25	996,18	996,21	996,23	996,26
26	995,94	995,97	995,99	996,02
27	995,70	995,73	995,75	995,78
28	995,45	995,48	995,50	995,53
29	995,19	995,22	995,24	995,27
30	994,92	994,95	994,97	995,00

Таблица 2 – Пределы погрешностей для стеклянной посуды 1-го класса

<i>Объем посуды, мл</i>	<i>Отклонения, мл</i>		
	<i>Мерные колбы</i>	<i>Пипетки</i>	<i>Бюретки</i>
2	-	$\pm 0,005$	-
5	-	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$
10	-	$\pm 0,02$	$\pm 0,02$
25	$\pm 0,03$	$\pm 0,04$	$\pm 0,05$
50	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,10$	$\pm 0,08$	$\pm 0,10$
200	$\pm 0,10$	$\pm 0,10$	-
500	$\pm 0,15$	-	-
1000	$\pm 0,30$	-	-
2000	$\pm 0,50$	-	-

ОСНОВНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ ОПЕРАЦИИ: ВЗВЕШИВАНИЕ

Для взвешивания необходимого количества вещества используют весы.

По точности взвешивания весы подразделяются на технохимические и аналитические (рис.1). Технохимические весы могут быть предназначены для грубого взвешивания (точность до 1 г) и для точного взвешивания (точность до 0,01г). Предел взвешивания таких весов не превышает 1000г.

Точность аналитических весов составляет 0,0002г, предел взвешивания - 200г.

Различают также специальные весы (приборные, торсионные). Предел их взвешивания - 500мг.



Рисунок 1 - Весы, используемые в лабораторном анализе
(а) технохимические; б) аналитические; в) торсионные)

Электронные весы (технохимические или аналитические) имеют сетевой кабель. В комплект весов входят калибровочные гири, применяемые для проверки правильности взвешивания.

Правила взвешивания на весах

1) Для взвешивания следует нажать кнопку включения. На индикаторе сначала высвечивается техническая информация, а потом значение «0,00»; «0,000» или «0,0000» в зависимости от точности весов.

2) Взвешиваемый объект ставят на чашку весов. При этом

выводится значение массы в граммах.

3) При необходимости обнулить тару её ставят на чашку весов и нажимают кнопку обнуления.

4) После взвешивания весы отключают.

5) Просыпанные или пролитые на весы реактивы следует убрать сразу после взвешивания.

ОСНОВНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ ОПЕРАЦИИ: НАГРЕВАНИЕ

Для многих операций, выполняемых в химических лабораториях, требуется нагревание. Одни процессы нужно вести при медленном и равномерном нагревании, другие - при быстром.

При нагревании растворов в пробирках пользуются спиртовками, водяными, масляными и спиртовыми банями, электроплитками.

Правила нагревания на спиртовке

Используют для быстрого нагревания реакционной смеси. Нагревание проводят в вытяжном шкафу при включенной вытяжке.

1) Пробирку закрепляют в специальный держатель/

2) Пробирку медленно прогревают в пламени спиртовки по всей длине.

3) Нагревание пробирки ведут в верхней части пламени горелки, не касаясь фитиля спиртовки. Отверстие пробирки должно быть направлено в сторону задней стенки вытяжного шкафа.

4) После проведения нагревания пробирку помещают в штатив для пробирок для полного остывания. Спиртовку тушат с помощью крышки спиртовки.

Для медленного нагревания или нагревания до определенной температуры используют различные виды электрических бань.

ОСНОВНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ ОПЕРАЦИИ: ФИЛЬТРОВАНИЕ

Фильтрация - это процесс движения через пористую перегородку жидкости или газа, который сопровождается осаждением на пористой перегородке взвешенных в них твердых частиц.

В качестве фильтрующих материалов применяют различные органические и неорганические вещества. Фильтрующие материалы могут быть: волокнистыми (вата, шерсть, различные ткани, синтетические волокна), зернистыми (кварцевый песок), пористыми (бумага, керамика).

Фильтрацию можно проводить различными способами: в обычных условиях, при нагревании, под вакуумом. При обычных условиях для фильтрации применяют стеклянные воронки. Внутри воронки помещают какой-либо фильтрующий материал, например вату, фильтровальную бумагу. Из фильтровальной бумаги делают простые или складчатые фильтры.

Для приготовления простого фильтра берут лист фильтровальной бумаги квадратной формы (рис. 2а). Складывают сначала вдвое, затем еще раз, как показано на рисунке. Получается уменьшенный в 4 раза квадрат. Угол сложенного квадрата обрезают ножницами по дуге. Отделяют пальцем один слой бумаги от трех остальных и расправляют.

Для приготовления складчатого фильтра поступают вначале также, как при изготовлении простого, затем складывают его пополам и каждую половинку сгибают несколько раз в одну и другую сторону подобно гармошке (рис. 2б).

Верхний край фильтра не должен доходить до края воронки на 5мм. Правильно уложенный в воронку фильтр смачивают фильтруемой жидкостью или дистиллированной водой.

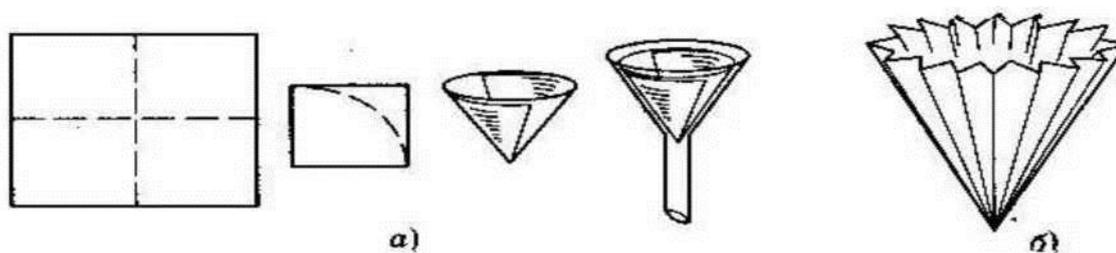


Рисунок 2 - Изготовление фильтра
(а - простого; б – складчатого)

При фильтрации воронку укрепляют на кольце штатива. Кончик воронки должен касаться стенки сосуда для фильтрата (рис. 3).

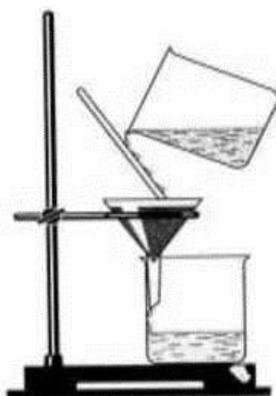


Рисунок 3 - Фильтрация через бумажный фильтр

Жидкость сливают по стеклянной палочке, прижав ее к стенке воронки.

ОСНОВНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ ОПЕРАЦИИ: ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

Часто для проведения химического анализа вещества его переводят в раствор.

Раствор - гомогенная система, состоящая из двух и более компонентов (т.е. исходных индивидуальных веществ), а также продуктов их взаимодействия.

Один из компонентов раствора называют растворителем, другой - растворенным веществом.

Растворы используемых веществ, необходимой концентрации можно готовить:

- 1) из фиксанала;
- 2) растворением точной массы сухого вещества в определенном объеме растворителя;
- 3) разбавлением более концентрированного раствора, полученного не из фиксанала.

В первом случае стеклянную ампулу - фиксанал, в которой находится строго определенное количество растворяемого вещества, разбавляют в заданном количестве растворителя. Растворение ведут в мерной колбе определенного объема. Стеклянную ампулу разбивают об вложенный в воронку боек. Если вещество твердое,

то его сначала полностью растворяют, добавляя не более $1/3$ объема мерной колбы дистиллированной воды, после этого раствор доводят до метки и перемешивают. Раствор необходимой концентрации можно приготовить разбавлением полученного раствора. Для этого рассчитанный объем концентрированного раствора отмеряют пипеткой (или бюреткой) и переносят в мерную колбу. Полученный раствор имеет точную концентрацию, величину которой не уточняют.

Во втором случае полученный раствор может иметь точную концентрацию и приблизительную. Точную концентрацию получают, если готовят раствор вещества, удовлетворяющего следующим требованиям:

- вещество должно иметь кристаллическую структуру;
- состав вещества должен строго соответствовать формуле;
- вещество не должно содержать посторонних примесей в количествах, которые могут повлиять на точность анализов, или должен быть известен способ простой очистки вещества от примесей;
- вещество должно быть химически устойчивым при хранении (не изменяться при высушивании, не быть гигроскопичным, не взаимодействовать с компонентами воздуха);
- вещество должно иметь по возможности большую молекулярную массу, чтобы уменьшить погрешность при взвешивании.

Если вещество не удовлетворяет перечисленным требованиям, то полученный раствор имеет приблизительную концентрацию, которую необходимо уточнить (стандартизировать).

В третьем случае полученные растворы имеют приблизительную концентрацию, и для определения её точной величины используют титрование, либо измерение плотности с помощью ареометра.

Титрование - операция химического анализа, используемая для установления концентрации растворов. Точный объем раствора неизвестной концентрации наливают в колбу для титрования. Другой раствор известной концентрации (титрант) добавляют в колбу небольшими порциями из бюретки. Конец титрования - точку эквивалентности определяют обычно по изменению окраски индикатора (рис.4). Объем израсходованного на титрование раствора должен составлять примерно $1/3 - 2/3$ объема используемой бюретки.

Чем точнее фиксируется точка эквивалентности, тем точнее определение концентрации.

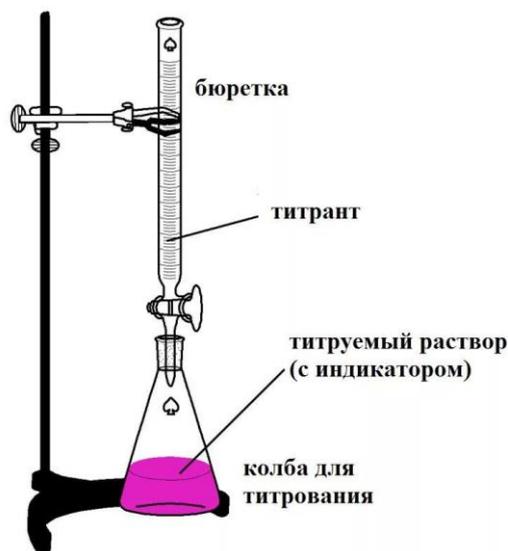


Рисунок 4 - Установка для проведения операции титрования

Для определения концентрации исследуемого раствора используют закон эквивалентов.

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Почему фактический и номинальный объем мерной посуды могут отличаться?
2. Что такое калибровка мерной посуды и для чего она используется?
3. Как проводят калибровку: а) пипетки, б) бюретки, в) мерной колбы?
4. Какие типы весов, используемых в химическом анализе, известны? Точность и предел взвешивания в каждом случае.
5. Сформулируйте основные правила взвешивания на аналитических весах.
6. Что используется в химическом анализе при нагревании: а) медленном; б) быстро?
7. Сформулируйте правила работы со спиртовкой.
8. Для чего используется фильтрование?
9. Что называется раствором? Из каких частей он состоит?

10. Какие способы приготовления растворов Вы знаете?

11. Какие требования предъявляются к растворяемому веществу, чтобы приготовить раствор точной концентрации, не требующей стандартизации?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА «КАЛИБРОВКА ПОСУДЫ»

Опыт 1. Калибровка пипетки

Объем пипеток определяют по объему жидкости, выливающейся из неё.

Взвесить чистый сухой стакан. Взвешивание проводят на технических весах с точностью ($\pm 0,01$) г. Полученную массу стакана записать в таблицу 3.

Таблица 3 - Оформление результатов эксперимента

№	Масса пустого стакана, г	Масса стакана с водой, г	Масса воды, г	Температура воды, °С	Плотность воды, г/мл	Объем воды, мл
1						
2						
3						

Тщательно вымыть пипетку и наполнить её до метки дистиллированной водой. Для заполнения пипетки жидкость засасывают ртом или грушей через широкое отверстие пипетки (кончик пипетки должен быть полностью погружен в жидкость) на 2-3 см выше метки, затем быстро закрывают отверстие указательным пальцем. Слить воду в пипетке до метки по нижнему мениску для прозрачных жидкостей, по верхнему мениску – для непрозрачных жидкостей.

Пипетка калибруется на свободное вытекание под действием силы тяжести, в этом случае жидкость из нее вытекает равномерно и с одинаковой скоростью. **Выдувать остатки жидкости нельзя!**

После того как вся жидкость вытечет из носика пипетки, касаются им стенок сосуда 2-3 раза.

Воду из пипетки вылить в чистый, предварительно взвешенный стакан. Взвесить стакан с водой и результат записать в таблицу 3.

Термометром измерить температуру воды и по приложению 1 определить ее плотность. По уравнению $V=m/\rho$ рассчитать объем воды, отобранной пипеткой. Полученные значения занести в таблицу 3.

Опыт повторить не менее 3 раз. По полученным данным рассчитать средний объем пипетки:

$$V_{\text{ср}}=(V_1+V_2+V_3)/3,$$

и его относительное отклонение от номинального в процентах:

$$\text{Относительное отклонение} = \frac{(V_{\text{ср}} - V_{\text{номинал}})}{V_{\text{номинал}}} \cdot 100\%$$

Если относительное отклонение выходит за пределы ошибок, допустимых при химическом анализе (0,1 %-0,2 %), то пипетку необходимо поправить. Для этого либо помечается на пипетке ее истинный объем, либо на пипетку наносится новая метка, соответствующая номинальному объему.

Опыт 2. Калибровка мерной колбы

Для установления объема мерной колбы определяют объем жидкости, которая помещается в мерную колбу.

Чистую и сухую мерную колбу с пробкой взвесить на технических весах с точностью до ($\pm 0,01$) г (большие колбы, объемом 1, 2 л можно взвешивать с точностью $\pm 0,1$ г, ошибка взвешивания не должна превышать 0,1 %-0,2 %).

Колбу заполнить до метки дистиллированной водой. Сперва наливают воду в мерную колбу на 0,1-1 см ниже метки, после чего доводят до метки, добавляя жидкость по каплям из капельницы.

Колбу закрыть пробкой и снова взвесить. Полученные значения занести в таблицу 4.

Термометром измерить температуру воды и по приложению 1 определить ее плотность.

Рассчитать объем воды, заполняющий колбу. Полученные

значения занести в таблицу 4.

Таблица 4 - Оформление результатов эксперимента

№	Масса пустого колбы, г	Масса колбы с водой, г	Масса воды, г	Температура воды, °С	Плотность воды, г/мл	Объем воды, мл
1						
2						
3						

Опыт повторяют не менее трех раз. По полученным данным рассчитывают средний объем мерной колбы и его относительное отклонение от номинального.

В случае превышения относительного отклонения допустимого значения (0,1 %-0,2 %), поступают так же, как и с пипеткой.

Опыт 3. Калибровка бюретки

Бюретку калибруют, взвешивая воду всей бюретки и её части.

Взвесить сухой и чистый стакан. Результаты записать в таблицу 3.

Бюретку заполнить дистиллированной водой и слить в стаканчик всю бюретку.

Взвесить воду в стакане, и записать в таблицу 3.

Термометром измерить температуру воды и по приложению определить ее плотность.

Рассчитать объем воды, заполняющий бюретку. Полученные значения занести в таблицу 3.

Опыт повторяют не менее трех раз. По полученным данным рассчитывают средний объем мерной колбы и его относительное отклонение от номинального.

Затем проверяют объемы частей бюретки. Для этого в предварительно взвешенный стаканчик сливают 5мл, в следующий раз 10мл, затем 15мл и т.д., всегда начиная от 0. Расчеты проводятся аналогично описанным выше.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА «ОЗНАКОМЛЕНИЕ С НЕКОТОРЫМИ ОПЕРАЦИЯМИ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА»

Опыт 1 Взвешивание предмета на электронных весах

Получите у лаборанта предмет для контрольного взвешивания.

Убедитесь в правильности установки весов, затем подключите их через адаптер в сеть, нажмите тумблер на задней панели весов. На индикаторе высвечивается техническая информация, а потом выводится нулевое значение.

Положите взвешиваемый объект на чашку весов и запишите показания индикатора ($m_{\text{прак}}$). Результат запишите в табл. 5.

Таблица 5 - Запись экспериментальных данных

№	$m_{\text{прак}}$, Г	$m_{\text{ист}}$, Г	a	ε , %

Узнайте у лаборанта истинную массу изучаемого объекта $m_{\text{ист}}$. Результат запишите в табл. 5.

Рассчитайте абсолютную и относительную погрешности взвешивания, запишите их в таблицу 5.

Абсолютная погрешность (a) - разница между истинной массой и полученной опытным путем, взятая по модулю:

$$a = |m_{\text{ист}} - m_{\text{прак}}|$$

Относительная погрешность (ε) равна отношению абсолютной погрешности к истинной массе и выражается в процентах:

$$\varepsilon = \frac{a}{m(\text{ист})} \cdot 100\%$$

Опыт 2. Взвешивание сыпучих веществ

Получите задание у преподавателя.

Убедитесь в правильности установки весов, затем подключите их через адаптер в сеть, нажмите тумблер на задней панели весов.

На индикаторе высвечивается техническая информация, а потом выводится нулевое значение.

Положите на чашку весов предметное стекло или бюкс. Обнулите его массу, нажав соответствующую кнопку на весах. Насыпьте заданную массу соли небольшими порциями в тару.

Запишите показания индикатора весов в таблицу 5. Рассчитайте абсолютную и относительную погрешность, проведенного взвешивания.

Опыт 3. Определение плотности жидких веществ

Плотность вещества (ρ) - масса единицы объема этого вещества, г/мл.

Для нахождения плотности жидкого вещества необходимо измерить массы определенных объемов этого вещества и построить график зависимости $m=f(V)$. Тангенс угла наклона этой линеаризованной зависимости будет равен плотности данного вещества.

1. Получите у преподавателя задание.
2. Поставить на чашку весов сухой, чистый стакан, обнулить его массу.
3. В бюретку залить исследуемую жидкость. Добавить в стакан 1, 2 (1+1), 3 (2+1), 4 (3+1), 5 (4+1), 6 (5+1), 7 (6+1), 8 (7+1), 9 (8+1), 10 (9+1)мл исследуемой жидкости. После каждого добавления жидкости измерить массу стаканчика с жидкостью. Данные занести в таблицу 6.

Таблица 6 - Запись экспериментальных данных

Объем жидкости, мл	Масса жидкости, г

4. По полученным данным построить график зависимости $m=f(V)$. По графику найти тангенс угла наклона прямой, который будет соответствовать плотности исследуемой жидкости.

Для нахождения истинного значения плотности исследуемой

жидкости используют ареометрический метод. В мерный цилиндр поместить исследуемую жидкость и поместить внутрь ареометр. При этом должен быть подобран такой ареометр, чтобы мениск, исследуемой жидкости располагался в пределах шкалы ареометра.

Рассчитать абсолютную и относительную погрешность для экспериментально найденного значения плотности исследуемой жидкости.

Опыт 4. Фильтрование

1. Получить в стаканчике осадок карбоната кальция сливанием 20 мл хлорида кальция и 20 мл карбоната натрия (калия).

2. Дать осадку осесть.

3. Сделать складчатый фильтр и вставить его в воронку так, чтобы он плотно прилегал к стенкам воронки. Чем плотнее будет прилегать фильтр к воронке, тем быстрее будет идти процесс фильтрования.

4. Воронку поместить в кольцо штатива. Подставить под неё стаканчик таким образом, чтобы кончик воронки касался стенки стаканчика.

5. Не взмучивая осадка, сливают жидкость по стеклянной палочке на фильтр. Затем в стакан вливают небольшое количество воды, перемешивают и сливают полученную взвесь по палочке на фильтр.

6. После фильтрования сравнивают мутность фильтрата с дистиллированной водой.

Опыт 5. Приготовление раствора

А) приготовление раствора из фиксанала

1. Получить задание у преподавателя.

2. Вставить воронку в мерную колбу необходимого объема.

3. В воронку вставить боек. Ударом о боек разбить дно фиксанала. Вторым бойком разбить верх фиксанала. Дать содержимому ампулы слиться или высыпаться, затем промыть фиксанал 2-3 раза небольшим количеством воды.

4. Довести объем раствора до метки на колбе, добавляя необходимое количество воды.
5. Раствор перемешать.

Б) приготовление раствора из сухого вещества

1. Получить задание у преподавателя.
2. Взвесить необходимое количество сухого вещества.
3. Высыпать взвешенное вещество в стаканчик и добавить необходимое количество воды. Полученную смесь перемешать.
4. Приготовленный раствор поместить в мерный цилиндр и с помощью ареометра померить его плотность. Затем по приложению определить процентное содержание полученного раствора.
5. Рассчитать абсолютную и относительную погрешность концентрации приготовленного раствора.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Физико-химические методы анализа (ФХМА) предполагают использование 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.

К ФХМА относятся оптические, электрохимические, хроматографические, термические, инструментальные методы. В лабораторном практикуме будут рассмотрены некоторые.

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 $A=f(c)$, 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, что ослабление интенсивности светового потока, прошедшего через окрашенный раствор, находится в зависимости от концентрации окрашенного вещества и от толщины слоя раствора.

$$A = \lg(I_0/I) = \epsilon cl,$$

где A – оптическая плотность; I_0 - интенсивность светового излучения на входе в раствор; I - интенсивность светового излучения на выходе из раствора; ϵ - 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.

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

Для определения оптической плотности раствора используют фотоэлектроколориметр или спектрофотометр (рис. 5). В первом приборе установлена система светофильтров, работать можно только на определенных длинах волн.



Рисунок 5 – Внешний вид спектрофотометра

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 фотоколориметре КФК

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.

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 (σ) - электропроводность столба жидкости 1 м при поперечном сечении 1 м^2 . Единицы измерения, используемые в химии $\text{См}\cdot\text{см}^{-1}$ или мСм 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. 6).

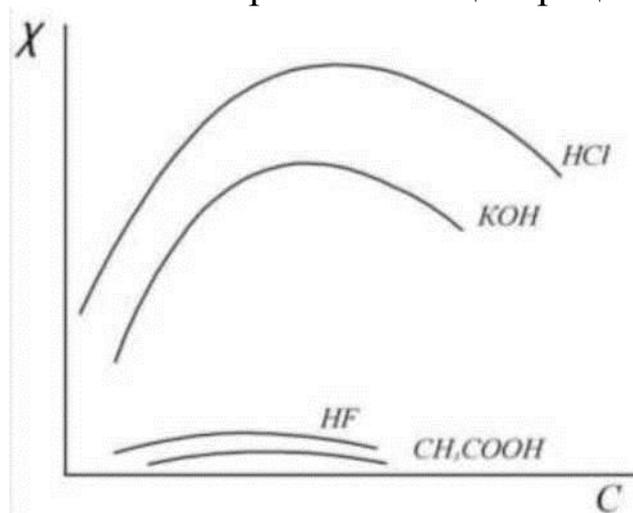


Рисунок 6 - Зависимость удельной электропроводности от концентрации

Для измерения электропроводности жидких сред используют кондуктометр.



Рисунок 7 – Внешний вид кондуктометра 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 анализируемый раствор 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.

ИЗМЕРЕНИЕ pH РАСТВОРОВ

Важной количественной характеристикой водного раствора служит водородный показатель.

Водородный показатель - отрицательный десятичный логарифм из активной концентрации ионов H^+ :

$$pH = -\lg a (H^+)$$

$$pOH = -\lg a (OH^-)$$

$$pH + pOH = 14$$

Значения pH могут варьироваться в пределах от 0 до 14, где значения от 0 до 7 соответствует кислой среде, от 7 до 14 – щелоч-

ной среде, а значение $pH=7$ является нейтральным.

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

Для измерения pH используют иономеры с подключенными стеклянным электродом и электродом сравнения (рис.8).



Рисунок 8 - Иономер мультитест ИПЛ-513 со стеклянным электродом

Методика работы с pH -метром аналогична методике приведенной для кондуктометра.

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?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА
«ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВЕЩЕСТВА
МЕТОДОМ КОЛОРИМЕТРИИ»

Получить у преподавателя колбу с раствором заданного вещества (табл. 7).

Таблица 7 – Задания для выполнения эксперимента

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

Измерить оптическую плотность для полученного раствора в диапазоне 350-800нм с шагом 10нм. Найти длину волны, при которой происходит максимальное поглощение. Данную длину волны рассматриваем как рабочую, на ней в дальнейшем производят измерения.

Приготовить пять растворов полученного вещества 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 мл; во вторую - 2,5 мл; в третью - 5 мл; в четвертую - 8 мл; в пятую - 10мл. Долить водой до метки, закрыть колбы пробками и перемешать.

Рассчитайте концентрации c_2 всех пяти приготовленных растворов по формуле:

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2,$$

где C_1 – концентрация исходного раствора (0,5моль/л); V_1 - объем

исходного раствора, мл; C_2 - концентрации приготовленных растворов, моль/л; V_2 – объем приготовленного раствора, равный объему колбы (50мл). Результаты занести в таблицу 8.

Таблица 8 - Результаты эксперимента

№ раствора	Оптическая плотность	Концентрация, моль/л
0	0	0
1		
2		
3		
4		
5		
Контрольный		

Измерить на фотоколориметре оптические плотности приготовленных растворов, начиная с раствора с наименьшей концентрацией окрашенного вещества. Измерения производят на рабочей длине волны. Результаты заносят в таблицу 8.

По полученным данным строят график зависимости $A = f(C)$, который будет являться калибровочной кривой, и линеаризуют его (рис. 9). Калибровочный график строим в программе Excel.

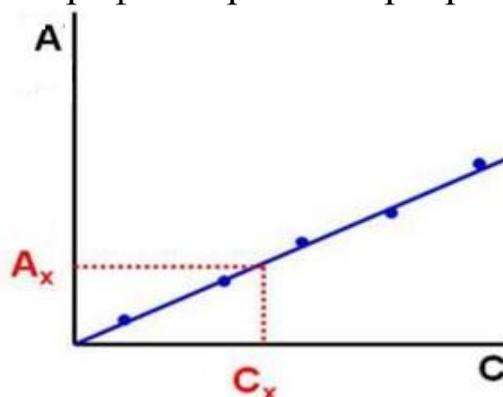


Рисунок 9 – Калибровочный (градуировочный) график

Колбу с задачей разбавить водой до метки, закрыть пробкой и перемешать. Измерить оптическую плотность полученного раствора на рабочей длине волны. Результаты занести в таблицу 8.

Произведите определение концентрации анализируемого

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

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА «МЕТОД КОНДУКТОМЕТРИИ»

Получить у преподавателя колбу с раствором заданного вещества (табл. 9).

Таблица 9 - Задания для выполнения опыты

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

Приготовить пять растворов вещества с разной концентрацией. В мерные колбы на 50мл налить: в первую - 1 мл; во вторую - 2,5 мл; в третью - 5 мл; в четвертую - 8 мл; в пятую - 10мл. Долить водой до метки, закрыть колбы пробками и перемешать. Колбу с задачей разбавить водой до метки, закрыть пробкой и перемешать.

Рассчитайте концентрации C_2 всех пяти приготовленных растворов по формуле:

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2,$$

где C_1 – концентрация исходного раствора (0,1 моль/л); V_1 – объем исходного раствора, мл; C_2 – концентрации приготовленных растворов, моль/л; V_2 – объем приготовленного раствора, равный объему колбы (50мл). Результаты занести в таблицу 10.

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

По полученным данным построить график зависимости электропроводности от концентрации. График должен иметь линейную зависимость (рис. 10), ровно проходить относительно полученных точек.

Таблица 10 - Результаты эксперимента

№ раствора	Удельная электропроводность, $\text{мСм}\cdot\text{см}^{-1}$	Концентрация, моль/л
1		
2		
3		
4		
5		
Контрольный		

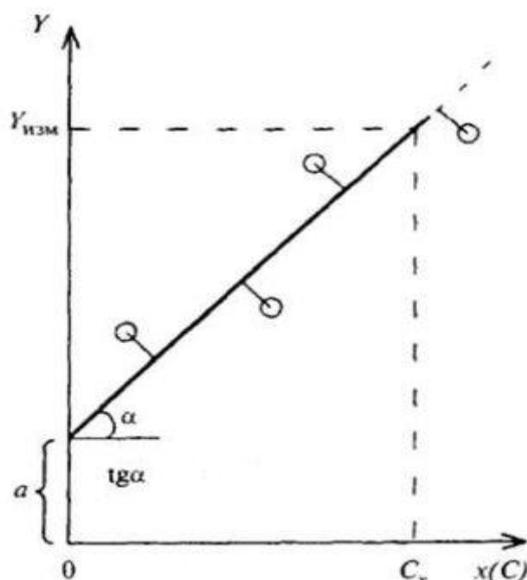


Рисунок 10 – Калибровочный график

3. Определите концентрацию раствора контрольной задачи двумя способами.

Расчетный способ по уравнению $C = (\sigma - a) / k$, где $k = \text{tg}\alpha$

a - отрезок, отсекаемый прямой на оси ординат

Второй способ - по калибровочному графику. Результаты занести в таблицу 4. Сравните полученные результаты между собой.

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

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА «МЕТОД рН-МЕТРИИ»

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

Аликвоту этого раствора в 25,00 мл перелить в стакан для титрования и добавить столько дистиллированной воды, чтобы электроды были погружены в раствор. Измерить начальное значение рН раствора. Результаты занести в таблицу 11.

Таблица 11 - Результаты эксперимента

Прилито раствора NaOH, мл	ΔV , мл	рН	ΔpH	$\Delta pH/\Delta V$

Бюретку заполнить 0,1н. раствором гидроксида натрия.

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 11.

Построить график зависимости $\Delta pH/\Delta V = f(\Delta V)$. Максимум на этой кривой соответствует объему щелочи в точке эквивалентности (рис. 11).

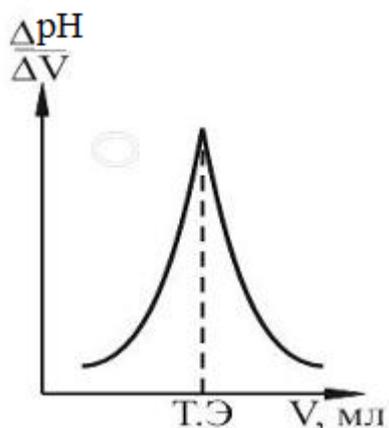


Рисунок 11 – График $\Delta pH/\Delta V = f(\Delta V)$

Определить содержание кислоты /X/ в 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 HC1 ; 4 - множитель, учитывающий, что из 100 мл исходного раствора анализировалась % часть.

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

Список рекомендуемой 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. ГОСТ 8.234-2013 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Меры вместимости стеклянные. Методика поверки

3. 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.

4. 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.

Приложение

Таблица 1 - Плотность воды в интервале температур 15-30 °С

t, °С	ρ, г/мл						
15	0,99913	19	0,99843	23	0,99756	27	0,99654
16	0,99897	20	0,99823	24	0,99762	28	0,99626
17	0,99880	21	0,99802	25	0,99707	29	0,99597
18	0,99862	22	0,99780	26	0,99681	30	0,99567

Таблица 2 - Растворов некоторых солей

% по массе	Плотность при 20 ⁰ С, г/см ³					
	NaCl	KCl	NH ₄ Cl	(NH ₄) ₂ SO ₄	Al ₂ (SO ₄) ₃	Na ₂ SO ₄
1	1,007	1,005	1,001	1,004	1,009	1,007
2	1,014	1,011	1,004	1,010	1,019	1,016
3	1,022	1,017	1,008	1,016	1,029	1,026
4	1,029	1,024	1,011	1,022	1,040	1,035
5	1,036	1,030	1,014	1,028	1,050	1,044
6	1,044	1,037	1,017	1,034	1,061	1,053
7	1,051	1,043	1,020	1,040	1,072	1,063
8	1,058	1,050	1,023	1,046	1,083	1,072
9	1,065	1,056	1,026	1,051	1,094	1,082
10	1,073	1,063	1,029	1,057	1,105	1,091
11	1,081	1,070	1,031	1,063	1,117	1,101
12	1,089	1,077	1,034	1,069	1,129	1,111
13	1,096	1,083	1,037	1,075	1,140	1,121
14	1,104	1,090	1,040	1,081	1,152	1,131
16	1,119	1,104	1,046	1,092	1,176	1,141
18	1,135	1,113	1,051	1,104	1,201	
19	1,143	1,126	1,054	1,109	1,213	
20	1,151	1,133	1,057	1,115	1,226	
21	1,159	1,140	1,059	1,121	1,239	
22			1,062	1,127	1,252	