

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования

**«ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
СИСТЕМ УПРАВЛЕНИЯ И РАДИОЭЛЕКТРОНИКИ» (ТУСУР)**

Факультет дистанционного обучения (ФДО)

М. В. Тихонова

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Методические указания

**по выполнению лабораторных работ для обучающихся
с применением дистанционных образовательных технологий**

Томск 2023

Корректор: А. Н. Миронова

Тихонова М. В.

Физико-химические методы анализа : методические указания по выполнению лабораторных работ для обучающихся с применением дистанционных образовательных технологий / М. В. Тихонова. – Томск : ФДО, ТУСУР, 2023. – 38 с.

© Тихонова М. В., 2023
© Оформление.
ФДО, ТУСУР, 2023

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	5
1 Лабораторная работа № 1 «Определение водородного показателя комплексом методов»	7
1.1 Теоретическая часть	7
1.2 Практическая часть.....	13
1.2.1 Определение концентрации серной кислоты методом кислотно-основного титрования.....	13
1.2.2 Определение кислотности и водородного показателя среды с помощью кислотно-основных индикаторов.....	16
1.2.3 Определение водородного показателя и кислотности среды рН-метром.....	18
2 Лабораторная работа № 2 «Определение концентрации тяжелых металлов в водных системах методом фотометрии»	20
2.1 Теоретическая часть	20
2.2 Практическая часть.....	26
3 Требования к содержанию и оформлению отчетов.....	31
Литература	33
Приложение А (справочное) Пример оформления титульного листа.....	34
Приложение Б (обязательное) Экспериментальные данные начального и конечного объемов титранта (по вариантам)	35
Приложение В (обязательное) Экспериментальные данные водородного показателя, полученные комплексом методов (по вариантам)	36
Приложение Г (обязательное) Экспериментальные данные оптической плотности стандартных растворов для выполнения отчета (по вариантам)	37

Приложение Д (обязательное) Экспериментальные данные оптической плотности растворов неизвестной концентрации для выполнения отчета (по вариантам)	38
---	----

ВВЕДЕНИЕ

Вследствие антропогенного воздействия происходит изменение химического состава и свойств окружающей среды. В целях контроля за ее состоянием применяют различные методы анализа веществ и материалов. В методических указаниях представлены две лабораторные работы, в ходе которых изучаются химические и физико-химические методы анализа и их возможности для оценки состояния окружающей среды.

Лабораторная работа № 1 направлена на формирование навыков определения концентрации раствора кислоты и водородного показателя комплексом методов: расчетным (на основании данных, полученных методом кислотно-основного титрования), методом химического анализа (с помощью специальных реагентов – кислотно-основных индикаторов) и физико-химическим методом (с использованием рН-метра). Лабораторная работа № 2 включает методику определения концентрации тяжелых металлов в водных средах.

Каждая лабораторная работа включает теоретическую и практическую часть. В теоретической части кратко рассмотрены основы химических и физико-химических методов анализа веществ, а также приведены вопросы для самоконтроля. Практическая часть включает инструкции для выполнения работы, описание приборов и реактивов, необходимых для выполнения работ, ход работы, а также необходимые формулы для проведения расчетов.

Выполнение лабораторных работ включает ответы на контрольные вопросы; изучение хода работы; просмотр видео, где показано проведение эксперимента тем или иным методом; выполнение необходимых расчетов; заполнение таблиц; формулировку выводов. Лабораторные работы выполняются студентом индивидуально, по своему варианту. Номер варианта указан в личном кабинете студента.

Для получения зачета по курсу необходимо выполнить лабораторные работы № 1 и № 2. Ход работы общий для всех вариантов. Данные для выполнения расчетов зависят от вашего варианта, они указаны в приложениях А–Д (номер приложения в каждом случае прописан в пояснениях к выполнению работы).

1 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

«ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДОРОДНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ КОМПЛЕКСОМ МЕТОДОВ»

1.1 Теоретическая часть

Анализ – процедура получения данных о химическом составе вещества опытным путём. Качественный анализ показывает, какие химические элементы содержит данное вещество, а количественный – отображает их численное соотношение. В настоящее время разработано большое количество методов анализа, которые можно разделить на *химические*, *физические* и *физико-химические*.

Химические методы основаны на проведении химических реакций между определяемым веществом и веществом-реагентом. Наличие вещества определяется по признаку протекания реакции с каким-либо реагентом, а его количественное содержание – по количеству реагента, израсходованного на реакцию.

Физические методы основаны на регистрации какого-либо физического параметра, связанного с наличием или количеством определяемого вещества в анализируемом объекте (спектральных характеристик, электродного потенциала и т. д.).

Физико-химические методы являются комбинацией физических и химических методов. В процессе химической реакции изменяются физические свойства вещества, которые затем измеряют с помощью физических приборов.

Наиболее трудоемкими являются химические методы анализа, так как они требуют большего времени и длительной подготовки вещества (пробы) к анализу. В настоящее время интенсивно развиваются физико-химические методы, которые позволяют быстро проводить анализ и автоматически обрабатывать результаты эксперимента.

На любом этапе анализа могут быть допущены неточности, которые называются *погрешностями*. Поэтому наиболее точным является анализ с наименьшим количеством этапов.

Погрешность – это отклонение результата x_i от истинного значения измеряемой величины x . **Грубые погрешности (промахи)** – погрешности, которые приводят к резкому отличию результата анализа при повторных измерениях. Причиной промахов являются грубые ошибки аналитиков, например: неправильные вычисления, измерения, потеря части пробы и т. д. **Систематические погрешности** – погрешности, приводящие при повторном измерении к отклонению от истинного значения на одну и ту же положительную или отрицательную величину. Причиной систематических погрешностей являются неправильная **калибровка (настройка) прибора**, примеси, неправильный выбор реактивов, индивидуальные особенности аналитика и т. д. **Случайные погрешности** – это погрешности, которые невозможно учесть и которые ведут к незначительным отклонениям результатов измерений, например: колебания напряжения в электросети, настройка аналитика и т. д.

Относительная погрешность K рассчитывается по формуле:

$$K = \left| \frac{x - x_i}{x} \right| \cdot 100\%. \quad (1.1)$$

Одним из химических методов определения количественного состава раствора является **кисотно-основное титрование**. Он основан на точном измерении объёма реагента, потраченного на реакцию с определяемым веществом. Такой реагент называется **титрантом**. Для анализа применяют **стандартный раствор** этого вещества, концентрация которого точно известна.

Метод кислотно-основного титрования основан на реакции нейтрализации – реакции между кислотой и щелочью. Чтобы определить концентрацию раствора H_2SO_4 , определённый объём этого раствора (**аликвоту**) отбирают с помощью пипетки. Аликвоту помещают в плоскодонную колбу

(рис. 1.1, 1). Бюретку закрепляют в штативе и наливают туда титрант – стандартный раствор NaOH. Постепенно, по каплям, из бюретки добавляют раствор титранта в колбу, в результате чего начинается химическая реакция:

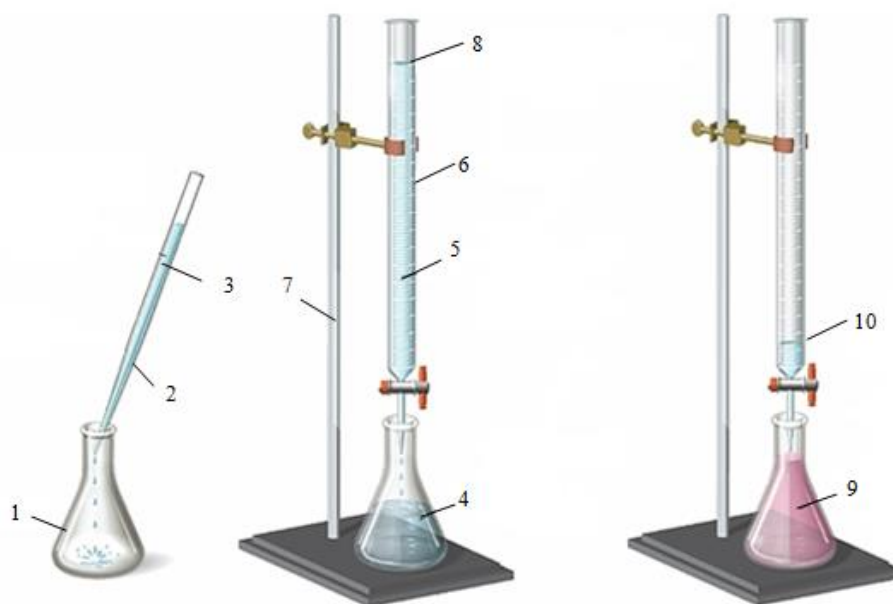
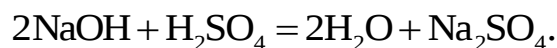


Рис. 1.1 – Установка для титрования:

1 – плоскодонная колба; 2 – пипетка; 3 – раствор кислоты с неизвестной концентрацией; 4 – раствор кислоты с добавлением индикатора; 5 – титрант; 6 – бюретка; 7 – штатив; 8 – начальный уровень титранта в бюретке; 9 – раствор кислоты, изменивший окраску после титрования; 10 – конечный уровень титранта в бюретке

В начале титрования раствор в колбе имеет щелочную реакцию, $\text{pH} < 7$. Но капля за каплей щелочь будет нейтрализовать кислоту, и её количество в колбе будет уменьшаться. Тогда pH раствора будет постепенно повышаться. В какой-то момент кислота окончательно нейтрализуется, и среда раствора с кислой изменится на нейтральную, pH станет равен 7.

Визуально этот переход можно зафиксировать с помощью **кисотно-основных индикаторов**.

Несколько капель индикатора добавляют в колбу с раствором до начала титрования. При изменении среды индикатор резко меняет окраску, и в этот момент титрование заканчивают. В конце титрования титрант добавляют по каплям, чтобы не пропустить момент изменения окраски индикатора.

В момент изменения окраски анализируемое вещество и титрант находятся в колбе в **эквивалентных соотношениях** (указанных в уравнении реакции). Такое состояние называется **точкой эквивалентности**. В данном случае точка эквивалентности наступает, когда соотношение щёлочи и кислоты в колбе равно 2:1. При дальнейшем добавлении титранта в колбу избыток щелочи приводит к дальнейшему повышению pH, и среда становится щелочной.

Перед титрованием отмечают уровень титранта в бюретке по нижнему краю жидкости (**мениску**) (рис. 1.2). Окончив титрование, снова отмечают уровень титранта. По разнице значений рассчитывают точный объем титранта, пошедший на реакцию. Далее определяют концентрацию анализируемого раствора по закону эквивалентов:

$$C_{н1} \cdot V_1 = C_{н2} \cdot V_2, \quad (1.1)$$

где $C_{н1}$, $C_{н2}$ – нормальная концентрация анализируемого раствора и титранта, моль/л;

V_1 – аликвота раствора с неизвестной концентрацией;

V_2 – объём титранта, пошедший на титрование, мл.

Водородный показатель среды определяют по формуле:

$$\text{pH} = -\lg [H^+], \quad (1.2)$$

где $[H^+]$ – молярная концентрация ионов водорода в растворе.

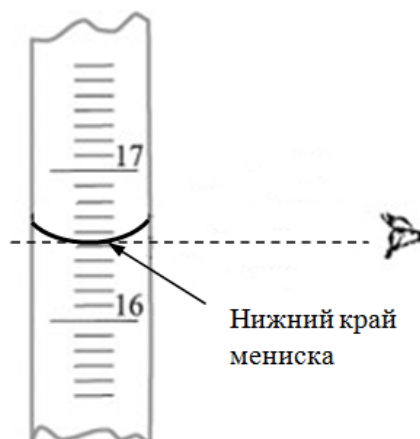
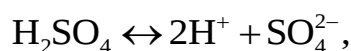


Рис. 1.2 – Измерение уровня титранта в бюретке

Молярная концентрация ионов водорода может отличаться от концентрации кислоты, если в состав кислоты входят два и более иона водорода. При диссоциации серной кислоты образуется 2 иона водорода, следовательно, их концентрация будет больше концентрации кислоты в два раза:



$$[\text{H}^+] = 2C_{\text{M}}(\text{H}_2\text{SO}_4).$$

Для перевода нормальной концентрации в молярную используется формула:

$$C_{\text{н}} = C_{\text{М}} \cdot \frac{1}{k}, \quad (1.3)$$

где k – количество ионов водорода в формуле кислоты.

Наиболее точным методом определения рН раствора является физико-химический метод – **потенциометрия**. Для измерения рН используется прибор, называемый рН-метром. К прибору подключаются два электрода, которые погружаются в анализируемый раствор (рис. 1.3). Один из них является **индикаторным**, то есть меняет свой потенциал при изменении концентрации ионов водорода в растворе и действует как датчик. Второй электрод является **электродом сравнения**, потенциал которого остается постоянным независимо от изменения концентрации раствора.

Потенциал индикаторного электрода измеряется относительно электрода сравнения. На основании этих данных прибором производится расчет концентрации ионов водорода в растворе и pH раствора. Полученное значение отображается на электронном табло.



Рис. 1.3 – Измерение водородного показателя с помощью pH-метра

При определении концентрации раствора и водородного показателя среды могут возникнуть случайные погрешности, которые связаны с неточностью определения объема титранта, нестабильной работой pH-метра, индивидуальными особенностями проводящего эксперимент при определении цвета индикатора и т. д.

Контрольные вопросы

1. Дайте определение анализа. В чём заключается сущность качественного и количественного анализа?
2. Дайте краткую характеристику химических, физических и физико-химических методов анализа. Какие из них наиболее эффективны?

3. Что такое погрешность? Приведите классификацию погрешностей. Как рассчитать относительную погрешность?
4. На чем основан метод кислотно-основного титрования?
5. Что такое титрант, стандартный раствор, аликвота?
6. Как изменяется pH раствора при титровании кислоты щелочью?
7. Для чего применяется индикатор? Что такое точка эквивалентности?
8. Как правильно определить уровень жидкости в бюретке?
9. Как рассчитать концентрацию анализируемого раствора после титрования?
10. Как рассчитать водородный показатель?
11. Какие погрешности могут возникнуть при проведении кислотно-основного титрования.
12. На чем основан принцип действия pH-метра?

1.2 Практическая часть

Цель работы: определить концентрацию раствора кислоты методом кислотно-основного титрования, определить водородный показатель и реакцию среды комплексом методов: расчетным, с помощью кислотно-основных индикаторов, с помощью pH-метра; сделать вывод о точности методов.

1.2.1 Определение концентрации серной кислоты

методом кислотно-основного титрования

1. Ознакомьтесь со списком приборов и реактивов, используемых для выполнения эксперимента.
2. Ознакомьтесь с ходом выполнения эксперимента, представленным ниже, ориентируясь на рисунок 1.1.
3. Посмотрите видео, в котором показаны основные этапы кислотно-основного титрования, по ссылке:

<https://www.youtube.com/watch?v=37luOKWPp2M>.

4. Читайте ход работы и, следуя указаниям, выделенным жирным шрифтом, записывайте экспериментальные данные, которые представлены в приложении Б, в соответствии с номером вашего варианта.

Приборы и реактивы: бюретка с краном, штатив, колба плоскодонная объемом 50 мл, пипетка объемом 20 мл, воронка, химический стакан объемом 250 мл, фильтровальная бумага, раствор 0,0025н NaOH, раствор H_2SO_4 неизвестной концентрации, индикатор метиловый оранжевый.

Ход работы:

1. Бюретку закрепляют в штативе и, используя воронку, заполняют ее раствором титранта (0,0025н NaOH) до верхней метки, повернув кран таким образом, чтобы содержимое не выливалось.

2. Ставят стакан и открывают кран, чтобы проверить, как работает бюретка. Регулируют скорость выливания раствора (он должен выливаться по каплям) с помощью крана. Из носика бюретки удаляют воздух.

3. Обращают внимание на шкалу бюретки. Точное значение объема показывает нижний мениск. Как можно точнее определяют положение мениска в разные моменты времени.

4. Отмеряют с помощью пипетки аликвоту раствора неизвестной концентрации объемом 20 мл и помещают в плоскодонную колбу объемом 50 мл.

5. Добавляют в колбу 2-3 капли индикатора метилового оранжевого. В кислой среде индикатор окрасится в красный цвет.

6. Подкладывают под колбу фильтровальную бумагу, чтобы было лучше видно изменение окраски индикатора, и ставят таким образом, чтобы раствор из бюретки попадал в колбу. Действуют осторожно, чтобы не сломать бюретку! От носика бюретки до верха колбы должно оставаться не большое расстояние.

7. По бюретке отмечают первоначальный уровень титранта $V_{\text{н}}$, записывают значение объема и *вносят в таблицу 1.1.*

8. Открывают кран бюретки, начинают титрование таким образом, чтобы титрант по каплям поступал в колбу. При резком изменении цвета индикатора на оранжевый титрование прекращают. *Чтобы не пропустить момент конца титрования и не перелить титрант, добавляют его по каплям.*

9. Отмечают конечный уровень титранта в бюретке V_k и **вносят его в таблицу 1.1.**

10. Добавляют титрант в бюретку и повторяют эксперимент еще два раза. **Данные вносят в таблицу 1.1.**

11. Рассчитывают объемы титранта V_t , потраченные на реакцию, по формуле 1.5 и **вносят данные в таблицу 1.1**, округлив значение объема до десятых:

$$V_t = V_k - V_n. \quad (1.4)$$

12. Рассчитывают среднее значение объема титранта по формуле 1.6 и **вносят в таблицу 1.1:**

$$V_{cp} = \frac{V_{t1} + V_{t2} + V_{t3}}{3}. \quad (1.5)$$

Таблица 1.1 – Расчет концентрации кислоты на основе данных, полученных методом кислотно-основного титрования.

V_n , мл	V_k , мл	V_t , мл	V_{cp} , мл	$C_n(H_2SO_4)$, моль/л	$C_m(H_2SO_4)$, моль

13. Рассчитывают нормальную концентрацию раствора кислоты по закону эквивалентов (1.2) и **вносят полученное значение в таблицу 1.1:**

$$C_n(H_2SO_4) \cdot V(H_2SO_4) = C_n(NaOH) \cdot V(NaOH),$$

где $V(H_2SO_4)$ – объем аликвоты, мл;

$C_n(\text{NaOH})$ – концентрация титранта;

$V(\text{NaOH})$ – средний объем титранта, мл.

14. Пересчитывают полученное значение в молярную концентрацию по формуле 1.4 и **вносят в таблицу 1.1:**

$$C_M(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{C_n(\text{H}_2\text{SO}_4)}{2}.$$

1.2.2 Определение кислотности и водородного показателя среды с помощью кислотно-основных индикаторов

1. Ознакомьтесь со списком приборов и реактивов, используемых для выполнения эксперимента.

2. Ознакомьтесь с ходом выполнения эксперимента, представленным ниже, ориентируясь на рисунке 1.4.

3. Посмотрите видео, в котором показано определение кислотности среды с помощью кислотно-основных индикаторов, по ссылке: <https://www.youtube.com/watch?v=wfRzoFzDvF4>.

4. Читайте ход работы и, следуя указаниям, *выделенным жирным шрифтом*, записывайте *экспериментальные данные, которые представлены в приложении В, в соответствии с номером вашего варианта.*

Приборы и реактивы: раствор серной кислоты, кислотно-основные индикаторы (метиловый оранжевый, фенолфталеин, лакмус, универсальный индикатор), пробирки.

Ход работы:

1. В 3 пробирки наливают раствор серной кислоты. В первую пробирку добавляют 2 капли фенолфталеина, во вторую – 2 капли метилового оранжевого, в третью – 2 капли лакмуса. Отмечают изменение окраски раствора и делают вывод о реакции среды, используя рисунок 1.4. **Вносят данные в таблицу 1.2.**

2. В четвертую пробирку наливают раствор серной кислоты и опускают полоску универсального индикатора. По изменению цвета полоски определяют реакцию среды и значение водородного показателя (рис 1.4). **В таблицу 1.2 вносят значение pH, определенное универсальным индикатором (см. приложение В).**



Рис. 1.4 – Окраска кислотно-основных индикаторов в различных средах

Таблица 1.2 – Определение водородного показателя и реакции среды с помощью кислотно-основных индикаторов

Индикатор	Цвет	Среда	pH
Метиловый оранжевый			
Фенолфталеин			
Лакмус			
Универсальный			

3. Рассчитывают концентрацию ионов водорода и водородный показатель в растворе кислоты, **вносят данные в таблицу 1.3:**

$$[H^+] = 2C_M(H_2SO_4),$$

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+].$$

1.2.3 Определение водородного показателя и кислотности среды рН-метром

1. Ознакомьтесь со списком приборов и реактивов, используемых для выполнения эксперимента.
2. Ознакомьтесь с ходом выполнения эксперимента, представленным ниже.
3. Посмотрите видео, в котором показана работа на рН-метре, по ссылке: https://www.youtube.com/watch?v=Y2_hoSP8pGk.
4. Читайте ход работы и, следуя указаниям, *выделенным жирным шрифтом*, записывайте *экспериментальные данные, которые представлены в приложении В, в соответствии с номером вашего варианта*.
5. Делайте необходимые расчеты и выводы в соответствии с ходом работы.

Приборы и реактивы: раствор серной кислоты неизвестной концентрации, рН-метр, хлорсеребряный и стеклянный электроды, промывалка, химический стакан, штатив, источник тока.

Ход работы:

1. Раствор серной кислоты неизвестной концентрации объемом 100 мл наливают в химический стакан.
2. Закрепляют электроды на штативе, подключают к рН-метру.
3. Ополаскивают электроды дистиллированной водой из промывалки, поставив пустой стакан.
4. Ставят стакан с анализируемым раствором таким образом, чтобы электроды, закрепленные в штативе, были погружены в него, но не доставали до дна стакана.
5. Подключив рН-метр к источнику питания, нажимают кнопку «ВКЛ». На табло появится надпись «Выбор режима».

6. Нажимают кнопку «ИЗМ», чтобы начать измерение. В течение нескольких минут установится равновесное значение потенциала, и на табло появится результат измерения pH.

7. **В таблицу 1.3 заносят значения водородного показателя, полученные разными методами**, сравнив с истинным значением (получаемым расчетным путем, исходя из известного количества кислоты, которое берут для приготовления данного раствора).

Таблица 1.3 – Определение водородного показателя комплексом методов

Показатель	Расчетное значение (метод кислотно- основного титрования)	Универсальный индикатор	pH-метр	Истинное значение
pH				
K, %				

1. Вычисляют относительную погрешность определения водородного показателя разными методами по формуле 1.1 и **заносят данные в таблицу 1.3**:

$$K = \left| \frac{\text{pH}_{\text{эксперим}} - \text{pH}_{\text{истин}}}{\text{pH}_{\text{истин}}} \right| \cdot 100\%.$$

2. Делают вывод о точности определения водородного показателя различными методами, сравнив полученные значения с истинным. Указывают, какой метод является более точным, и объясняют почему.

2 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

«ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ СИСТЕМАХ МЕТОДОМ ФОТОМЕТРИИ»

2.1 Теоретическая часть

К спектральным методам анализа относятся физико-химические методы, основанные на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом. Это взаимодействие сопровождается изменением электронной структуры атомов или молекул, в результате которого они переходят в возбужденное состояние. При переходе электронов на более высокий энергетический уровень происходит поглощение излучения с характерной длиной волны λ , при переходе на низший энергетический уровень, напротив, излучение испускается. Такие переходы регистрируются спектральными приборами в виде спектра поглощения или спектра испускания.

Спектр – это упорядоченное по длинам волн электромагнитное излучение, испускаемое, поглощаемое или рассеиваемое веществом. Возникающий при этом сигнал несёт информацию о качественном и количественном составе вещества. Длина волны излучения показывает, какие компоненты входят в состав вещества, а интенсивность этого сигнала – их количество.

При прохождении излучения через прозрачный слой твёрдого тела, жидкости или газа в веществе происходит избирательное поглощение излучения с определенной длиной волны. Для отдельных атомов или ионов спектр является линейчатым, т. е. поглощение происходит при определенных длинах волн. В случае более сложных структур – молекул, твердых тел спектр является полосатым или сплошным, т. к. происходит поглощение в широком диапазоне длин волн (рис. 2.1).

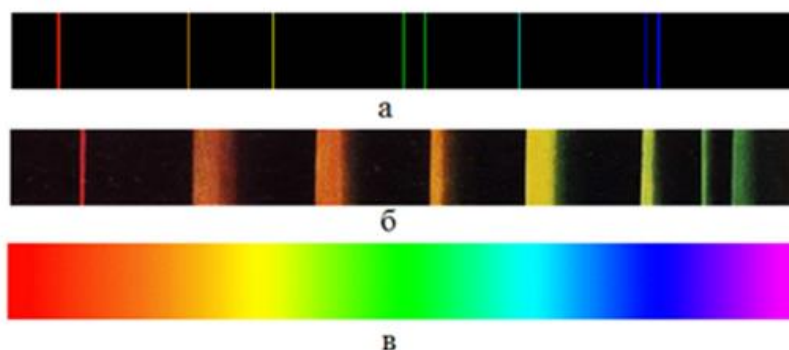


Рис. 2.1 – Спектры излучения:

а – линейчатый; *б* – полосатый; *в* – сплошной

Излучение одной длины волны называют **монохроматическим**, разных длин волн – **полихроматическим**. К примеру, излучение от раскаленных тел или солнечный свет являются полихроматическими.

В оптических методах анализа, широко применяемых для определения качественного и количественного состава веществ, используется излучение ультрафиолетового (180–400 нм), видимого (400–760 нм) и инфракрасного диапазона (рис. 2.2).

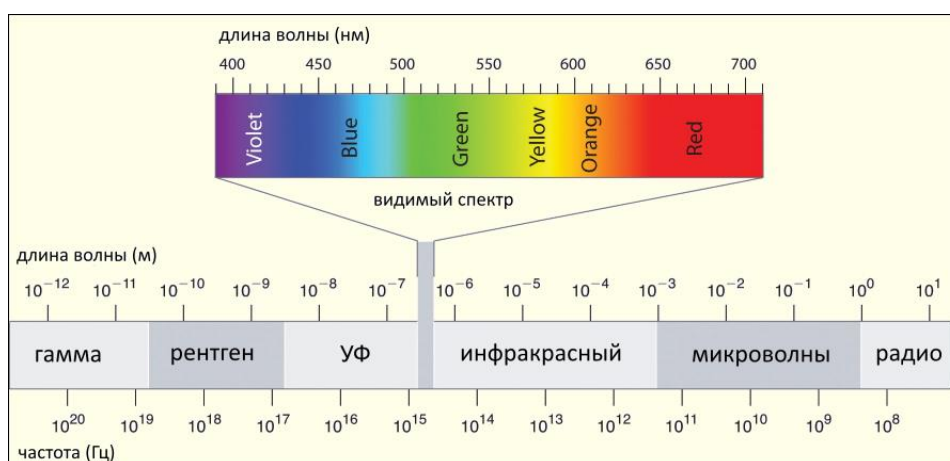


Рис. 2.2 – Спектр электромагнитного излучения

Спектральные методы, основанные на получении спектров поглощения, называются абсорбционными; на получении спектров испускания –

эмиссионными. Методы также подразделяются на атомные и молекулярные в зависимости от того, какие частицы поглощают или испускают излучение. Совокупность методов молекулярной абсорбционной спектроскопии в УФ- и видимой области спектра называют фотометрией.

В данной работе применяется **метод молекулярно-абсорбционной спектроскопии**, основанный на получении спектра поглощения отдельными молекулами (ионами) в видимом диапазоне спектра. Такой метод подходит для исследования окрашенных соединений.

Метод атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС) применим для определения концентрации веществ в водных средах, в том числе определения концентрации тяжелых металлов в воде. Каждое вещество поглощает излучение в определенном диапазоне длин волн и имеет максимум поглощения при определенном значении λ . При этом значении длины волны наиболее вероятны электронные переходы, и такое излучение называется резонансным.

Стоит учесть, что в реальных водных системах содержится большое количество компонентов, которые могут частично поглощать излучение при той же длине волны, что и исследуемый компонент, и их спектры накладываются друг на друга. В таком случае для анализа объектов потребуются специальная пробоподготовка и более сложная методика (рис. 2.3).

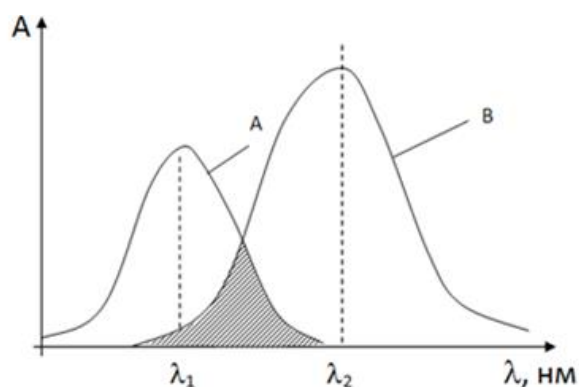
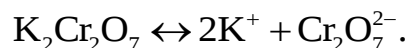


Рис. 2.3 – Максимумы поглощения веществ A и B (λ_1 и λ_2 соответственно); заштрихованная область – диапазон длин волн, при котором поглощают оба вещества)

В данной работе проводится анализ однокомпонентного раствора – раствора бихромата калия. Целью проведения анализа является расчет концентрации тяжелого металла хрома в воде.

В растворе бихромата калия происходит процесс электролитической диссоциации на ионы:



Концентрацию раствора определяют по спектру поглощения иона $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ с длиной волны резонансного излучения 430 нм.

Для определения концентрации раствора используется фотометр с фотоэлектрической регистрацией сигнала КФК-3-01 (рис. 2.4).



Рис. 2.4 – Фотоэлектрический фотометр КФК-3-01:

- 1 – тумблер «СЕТЬ»; 2 – индикатор; 3 – панель управления;
4 – ручка установки длины волны; 5 – кюветоприемник;
6 – ручка перемещения кювет

Раствор бихромата калия наливают в специальную кювету из кварцевого стекла и помещают в кюветоприемник. Во второе отделение кюветоприемника помещают кювету с дистиллированной водой в качестве образца сравнения. С помощью специального регулятора выставляют длину волны монохроматического излучения, совпадающего с резонансным для данного

вещества. В режиме измерения полихроматическое излучение, проходя через спектральный прибор, разлагается. Из него выделяется монохроматический пучок света с необходимой длиной волны и пропускается через образец. Так как длина волны соответствует максимуму поглощения данного вещества, в процессе работы прибора вещество интенсивно поглощает излучение. В связи с этим интенсивность излучения, прошедшего через образец, снижается. При этой же длине волны возможно поглощение растворителем (водой). Чтобы исключить влияние этого процесса на результат измерения, предварительно снимают оптическую плотность для воды. Сигнал автоматически обрабатывается прибором и учитывается как фоновый при измерении оптической плотности исследуемого раствора. Информация обрабатывается прибором и выводится на электронное табло (индикатор) в виде значения оптической плотности A , которая определяется по формуле:

$$A = \lg \frac{I_0}{I}, \quad (2.1)$$

где I_0 – интенсивность потока излучения до прохождения через раствор;

I – интенсивность потока излучения после прохождения через раствор.

Чем выше оптическая плотность вещества, тем сильнее оно поглощает излучение при данной длине волны.

Интенсивность поглощения напрямую зависит от концентрации поглощающего вещества, что отражается в законе Бугера – Ламберта – Бера:

$$A_\lambda = \varepsilon_\lambda l C, \quad (2.2)$$

где A_λ – оптическая плотность раствора при данной длине волны λ ;

l – толщина поглощающего слоя (длина кюветы), см;

ε_λ – молярный коэффициент поглощения, зависящий от природы вещества $(\text{моль/л})^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$;

C – молярная концентрация раствора, моль/л.

Из этого закона следует, что зависимость оптической плотности вещества от концентрации раствора является линейной (рис. 2.5).

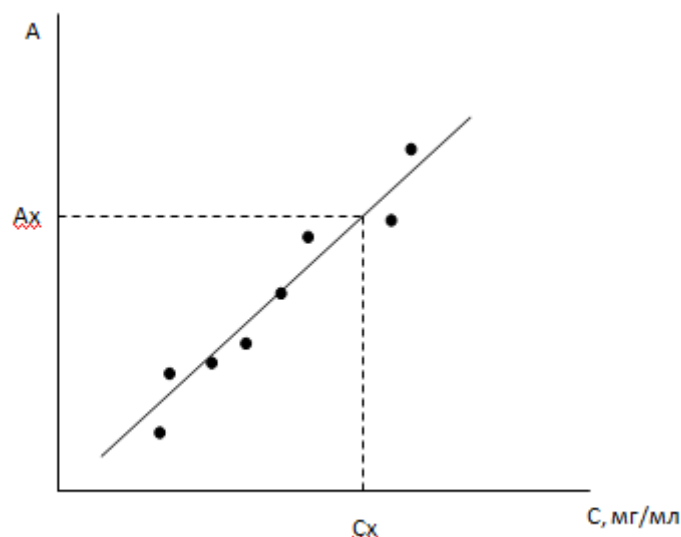


Рис. 2.5 – Зависимость оптической плотности от концентрации раствора

Для определения концентрации исследуемого раствора методом фотометрии применяется метод стандартных серий (градуировочного графика). Сначала готовят серию стандартных растворов с заранее известной концентрацией. Затем измеряют оптическую плотность этих растворов при заданной длине волны и на основании полученных данных строят зависимость $A_{\text{ст}}$ от $C_{\text{ст}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$. Полученный график должен быть приближен к прямой линии. Затем снимают оптическую плотность анализируемого раствора с неизвестной концентрацией $C_x(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$, отмечают ее на графике, проводят перпендикуляр до пересечения с линией графика. Опустив перпендикуляр из этой точки на ось концентраций, определяют концентрацию анализируемого раствора $C_x(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ (рис. 2.5). Для определения концентрации хрома используют соотношение молярных масс:

$$\frac{C_x(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{C_x(\text{Cr})} = \frac{M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{M(\text{Cr})},$$

где $M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$, $M(\text{Cr})$ – молярные массы указанных веществ.

Контрольные вопросы

1. На чем основаны спектральные методы анализа?
2. Что такое спектр? Дайте характеристику спектра испускания и спектра поглощения.
3. Как определить количественный и качественный состав вещества?
4. Для каких веществ характерны сплошные, линейчатые и полосатые спектры? Дайте их характеристику.
5. Что такое полихроматическое и монохроматическое излучение?
6. Какое излучение используется в оптических методах анализа?
7. Приведите классификацию спектральных методов анализа. На чем они основаны?
8. Что такое фотометрия? Для анализа каких веществ применяется этот метод?
9. Что такое резонансное излучение? Какова длина волны резонансного излучения для бихромат-ионов?
10. Кратко опишите этапы проведения эксперимента на фотоэлектрическом фотометре. Для чего используется кювета с водой?
11. Как рассчитывается оптическая плотность?
12. Приведите закон Бугера – Ламберта – Бера. От чего зависит концентрация раствора?
13. На основе каких данных строится градуировочный график и как с помощью него определить концентрацию вещества в растворе?

2.2 Практическая часть

Цель работы: фотометрическое определение концентрации хрома методом стандартных серий (градуировочного графика).

1. Ознакомьтесь со списком приборов и реактивов, используемых для выполнения эксперимента.

2. Ознакомьтесь с ходом выполнения эксперимента, представленным ниже, ориентируясь на рисунки 2.4 и 2.5.

3. Посмотрите видео, в котором показана работа на спектрофотометре, по ссылке: <https://youtu.be/KBaclPjcU64?si=TjwCuK8Py7osGCXf&t=680> (время 11 мин 20 с).

4. Читайте ход работы и, следуя указаниям, *выделенным жирным шрифтом*, записывайте *экспериментальные данные, которые представлены в приложениях Г и Д, в соответствии с номером вашего варианта.*

5. Делайте необходимые расчеты и выводы в соответствии с ходом работы.

Приборы и реактивы: фотоэлектрический фотометр КФК-3-01, две кварцевые кюветы толщиной 1 см, колбы № 1–8 со стандартными растворами $K_2Cr_2O_7$, колбы № 1–3 с растворами $K_2Cr_2O_7$ неизвестной концентрации, дистиллированная вода, промывалка, фильтровальная бумага.

Ход работы:

1. Включают фотоэлектрический фотометр в сеть 220 В, затем включают питание тумблером на задней панели прибора. После звукового сигнала на индикаторе отобразится символ завода-изготовителя «ОАО «ЗОМЗ», затем появится сообщение «ПРОГРЕВ ПРИБОРА» и показания таймера.

2. Через 10 минут после включения прибора прозвучит звуковой сигнал и на индикаторе появятся сообщения: «ГОТОВ К РАБОТЕ», «ВВЕДИТЕ РЕЖИМ». Автоматически прибором устанавливается режим измерения «Коэффициент пропускания». На индикаторе также отображается установленная длина волны λ в нанометрах. Клавишами «D» ($\uparrow$) и «C» ($\downarrow$) на панели управления выбирают режим «Оптическая плотность».

3. С помощью ручки устанавливают длину волны на максимум поглощения бихромат-иона ($\lambda = 430$ нм). *Ручку поворачивают плавно.* На индикаторе должна появиться соответствующая надпись.

4. Две кварцевые кюветы ополаскивают дистиллированной водой с помощью промывалки, протирают стекло с наружной стороны фильтровальной бумагой, очистив от пыли и воды. *Действуют осторожно, так как кварцевое стекло очень хрупкое.*

5. В одну кварцевую кювету наливают до риски дистиллированную воду из промывалки. Во вторую кювету также до риски наливают стандартный раствор бихромата калия из колбы № 1, предварительно ополоснув кювету этим раствором.

6. Открывают крышку кюветного отделения и ставят кювету со стандартным раствором $K_2Cr_2O_7$ в первое с края отделение кюветоприемника, а кювету с водой – во второе отделение. Кюветы устанавливают по центру отделений, параллельно друг другу, узкой гранью по направлению к ручке кюветоприемника.

7. Ручку перемещения кювет перемещают на себя, устанавливая таким образом, чтобы кювета с водой была установлена на пути прохождения светового пучка (по центру кюветоприемника). При этом должен раздаться характерный щелчок.

8. Закрывают крышку кюветного отделения и ждут около 5 минут для обеспечения стабильности работы прибора.

9. Нажимают клавишу #, после чего на индикаторе появится надпись «ГРАДУИРОВКА». Через какое-то время надпись исчезнет и появится значение оптической плотности $A = 0,000$.

10. Ручку перемещения кювет плавно перемещают от себя до характерного щелчка таким образом, чтобы кювета со стандартным раствором $K_2Cr_2O_7$ оказалась по центру кюветоприемника.

11. На индикаторе появится измеренное значение оптической плотности стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$. Фиксируют полученное значение.

12. Открывают крышку кюветоприемника, вытаскивают кювету с раствором $K_2Cr_2O_7$.

13. Раствор выливают, кювету ополаскивают дистиллированной водой из промывалки.

14. Аналогичным образом повторяют эксперимент со стандартными растворами $K_2Cr_2O_7$ из колб № 2–8, начиная с п. 8 (*данные в соответствии с номером вашего варианта приведены в приложении А*).

15. *Полученные данные заносят в таблицу 2.1.*

16. Строят градуировочный график зависимости оптической плотности A от стандартной концентрации раствора бихромата калия $C_{ст}$. Проводят линию тренда по полученным точкам. В результате должна получиться прямая линия (рис. 2.5).

17. Аналогичным образом измеряют оптическую плотность растворов из колб № 1–3 с неизвестной концентрацией бихромата калия C_{x1} , C_{x2} , C_{x3} .

18. *Заносят полученные данные в таблицу 2.2.*

19. По градуировочному графику определяют концентрацию бихромата калия в анализируемом растворе, проведя перпендикуляр, как показано на рисунке 2.5.

20. Рассчитывают концентрацию хрома $C_x(Cr)$ в анализируемых растворах, исходя из соотношения, и *заносят полученные значения в таблицу 2.2:*

$$\frac{C_x(K_2Cr_2O_7)}{C_x(Cr)} = \frac{M(K_2Cr_2O_7)}{M(Cr)},$$

где $M(K_2Cr_2O_7)$, $M(Cr)$ – молярные массы указанных веществ.

Таблица 2.1 – Экспериментальные данные оптической плотности для стандартных растворов бихромата калия

№ колбы	$C_{ст}$, мг/мл	A
1		
2		
3		

Окончание таблицы 2.1

№ колбы	$C_{\text{ст}}$, мг/мл	A
4		
5		
6		
7		
8		

Таблица 2.2 – Экспериментальные данные для растворов бихромата калия неизвестной концентрации

№ колбы	A	C_x , мг/мл	$C(\text{Cr})$, мг/мл
1			
2			
3			

Для выполнения отчета используются *экспериментальные данные из приложений Г и Д.*

3 ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТОВ

Отчеты по лабораторным работам оформляются в электронном виде. Ответ формируется в файл формата .pdf и загружается в электронный курс.

Отчет по лабораторной работе содержит:

1. Титульный лист.
2. Название работы.
3. Цель работы.
4. Ответы на вопросы по теоретическому материалу (основные понятия, законы, формулы и т. д.).
5. Названия опытов.
6. Приборы и реактивы.
7. Краткий ход выполнения работы.
8. Графики, таблицы.
9. Расчет величин.
10. Выводы.

Для построения графиков используется программа Excel. При построении графиков следует учитывать масштаб. Каждый отрезок на оси должен соответствовать определенному значению. Оси и основные деления оси имеют подписи. На график наносят все значения, соответствующие экспериментальным данным. В готовый отчет графики должны быть вставлены в виде рисунка в формате .jpg, иметь подписи и размер не менее половины листа А4.

Величины следует округлять до сотых, указывать единицы измерения. В том случае, если в значении величины после запятой содержатся нули, ответ должен быть представлен минимум двумя цифрами после нулей, например: 0,00098. В отчетах приводятся все необходимые расчеты (формулы, величины и их значения, единицы измерения).

При оформлении отчета по лабораторной работе следует руководствоваться требованиями Образовательного стандарта ТУСУР 01-2021 «Работы студенческие по направлениям подготовки и специальностям технического профиля. Общие требования и правила оформления» (<https://regulations.tusur.ru/documents/70>).

Если требования не соблюдены, отчет возвращается на доработку с комментариями. Студент должен внести исправления и отправить работу повторно.

ЛИТЕРАТУРА

1. Тихонова, М. В. Физико-химические методы анализа : учеб. пособие / М. В. Тихонова. – Томск : ТУСУР, 2017. – 71 с. – URL: <https://edu.study.tusur.ru/publications/7052> (дата обращения: 20.11.2023).

2. Тихонова, М. В. Практикум по физико-химическим методам анализа : учеб.-метод. пособие для организации практических занятий, лабораторных работ и самостоятельной работы студентов / М. В. Тихонова. – Томск : ТУСУР, 2017. – 74 с. – URL: <https://edu.study.tusur.ru/publications/7094> (дата обращения: 20.11.2023).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Пример оформления титульного листа

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования

ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
СИСТЕМ УПРАВЛЕНИЯ И РАДИОЭЛЕКТРОНИКИ (ТУСУР)

Факультет дистанционного обучения (ФДО)

ТЕМА РАБОТЫ

Отчет по лабораторной работе по дисциплине
«Физико-химические методы анализа»

Студент гр. _____

(Ф. И. О.)

«__» _____ 20__ г.

Преподаватель

Доцент кафедры РЭТЭМ

(Ф. И. О.)

«__» _____ 20__ г.

Томск 20__

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Экспериментальные данные начального и конечного объемов титранта (по вариантам)

Опыты	Варианты									
Опыт 1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
V_H	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
V_K	22,5	30,2	35,7	44,9	79,8	48,2	14,2	56,5	11,3	30,4
Опыт 2										
V_H	22,5	30,2	35,6	44,9	79,8	48,1	14,2	56,5	11,3	30,4
V_K	45,1	60,5	71,3	89,9	159,8	96,1	28,4	113	22,6	60,7
Опыт 3										
V_H	45,1	60,5	71,3	89,9	159,8	96,1	28,4	113	22,6	60,7
V_K	67,7	90,8	106,9	134,8	239,5	144,2	42,7	169,6	34	91

Опыты	Варианты									
Опыт 1	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
V_H	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
V_K	17,8	11,5	29,7	4,2	23	3,3	7,7	56,6	44	37,3
Опыт 2										
V_H	17,8	11,5	29,7	4,2	23	3,3	7,7	56,6	44	37,3
V_K	35,7	23	59,5	8,5	45,9	6,5	15,3	113,1	88,1	74,5
Опыт 3										
V_H	35,7	23	59,5	8,5	45,9	6,5	15,3	113,1	88,1	74,5
V_K	53,6	34,6	89,2	12,7	69	9,7	22,7	169,7	132	111,8

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

**Экспериментальные данные водородного показателя,
полученные комплексом методов (по вариантам)**

Вариант	рН (универсальный индикатор)	рН-метр	рН истинное
1	2	2,29	2,3
2	1,8	2,1	2,1
3	2,1	1,98	1,99
4	1,8	1,95	1,94
5	1,5	1,58	1,6
6	2,2	1,97	1,99
7	2,5	2,41	2,43
8	1,8	1,83	1,83
9	2,7	2,5	2,51
10	1,8	2,06	2,08
11	2,1	2,21	2,32
12	2,5	2,61	2,6
13	1,9	2,01	2,02
14	2,7	2,89	2,9
15	2	2,19	2,2
16	3,1	2,99	3
17	2,7	2,75	2,74
18	2	1,89	1,87
19	2,2	2	2,02
20	1,9	1,95	1,96

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

Экспериментальные данные оптической плотности стандартных растворов для выполнения отчета (по вариантам)

№ колбы	C _{ст} , мг/мл	A (по вариантам)									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0,006	0,015	0,017	0,014	0,012	0,013	0,014	0,011	0,012	0,011	0,012
2	0,012	0,2	0,22	0,21	0,18	0,18	0,18	0,018	0,21	0,19	0,21
3	0,015	0,35	0,33	0,36	0,31	0,36	0,32	0,33	0,33	0,32	0,33
4	0,024	0,4	0,42	0,38	0,39	0,39	0,38	0,41	0,44	0,39	0,39
5	0,03	0,55	0,57	0,52	0,49	0,57	0,54	0,52	0,5	0,54	0,53
6	0,036	0,75	0,73	0,77	0,78	0,78	0,74	0,72	0,71	0,77	0,77
7	0,045	1,05	1,11	1	0,99	1,1	1,1	1,2	1	1,1	1,1
8	0,06	1,32	1,23	1,02	1,34	1,33	1,2	1,3	1,3	1,31	1,29

№ колбы	C _{ст} , мг/мл	A (по вариантам)									
		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	0,006	0,014	0,013	0,014	0,014	0,013	0,014	0,017	0,015	0,013	0,015
2	0,012	0,21	0,18	0,18	0,21	0,21	0,18	0,23	0,21	0,19	0,21
3	0,015	0,35	0,34	0,34	0,33	0,32	0,3	0,33	0,34	0,32	0,36
4	0,024	0,41	0,39	0,41	0,41	0,42	0,42	0,38	0,42	0,39	0,37
5	0,03	0,56	0,51	0,52	0,56	0,52	0,51	0,56	0,56	0,54	0,54
6	0,036	0,77	0,77	0,76	0,76	0,72	0,74	0,77	0,73	0,76	0,79
7	0,045	1,02	1,1	1,1	0,98	0,99	1,2	1,2	1,1	1,1	0,97
8	0,06	1,3	1,23	1,33	1,22	1,26	1,33	1,29	1,27	1,3	1,2

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(обязательное)

**Экспериментальные данные оптической плотности растворов
неизвестной концентрации для выполнения отчета
(по вариантам)**

№ колбы	<i>A</i> (по вариантам)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0,12	0,83	0,99	1,05	0,28	0,27	0,22	1,03	1,21	0,38
2	0,71	0,15	0,14	1,22	0,73	1,26	0,67	0,88	0,76	0,52
3	1,1	1,22	0,62	0,42	0,95	0,34	1,32	0,2	0,41	1,15

№ колбы	<i>A</i> (по вариантам)									
	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	0,24	0,72	0,33	1,25	0,14	1,2	1,31	0,92	0,05	0,15
2	0,89	0,36	1,12	0,63	0,59	0,68	0,55	0,45	0,53	0,66
3	1,33	0,95	0,75	0,13	0,82	0,39	0,22	0,75	0,94	1,15