

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования «Витебский государственный
университет имени П.М. Машерова»
Кафедра химии

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

*Методические указания
к выполнению лабораторных работ*

*Витебск
УО «ВГУ им. П.М. Машерова»
2012*

УДК 543.5(075.8)
ББК 24.46я73
Ж60

Печатается по решению научно-методического совета учреждения образования «Витебский государственный университет имени П.М. Машерова». Протокол № 7 от 22.12.2011 г.

Авторы: доцент кафедры химии УО «ВГУ им. П.М. Машерова», кандидат фармацевтических наук **А.К. Жерносек**; старший преподаватель кафедры химии УО «ВГУ им. П.М. Машерова» **И.С. Борисевич**

Рецензент:
заведующий кафедрой токсикологической и аналитической химии
УО «ВГМУ», доктор фармацевтических наук,
профессор *А.И. Жебеняев*

Ж60 **Жерносек, А.К.**
Физико-химические методы анализа : методические указания к выполнению лабораторных работ / А.К. Жерносек, И.С. Борисевич. – Витебск : УО «ВГУ им. П.М. Машерова», 2012. – 44 с.

Данные методические указания подготовлены в соответствии с учебной программой по дисциплине «Физико-химические методы анализа и лабораторный мониторинг». Приводятся методики выполнения лабораторных работ, а также их краткие теоретические обоснования.

Предназначаются для студентов, обучающихся по специальности 1-33 01 01 «Биоэкология».

УДК 543.5(075.8)
ББК 24.46я73

© Жерносек А.К., Борисевич И.С., 2012
© УО «ВГУ им. П.М. Машерова», 2012

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В ВИДЕ АММИАЧНОГО КОМПЛЕКСА ...	5
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТНОГО АЗОТА	9
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ АММОНИЯ	12
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА ПРИ ПОМОЩИ СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ	14
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5. РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ВЕЩЕСТВА В РАСТЕНИЯХ	16
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6. ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРАХМАЛА В КАРТОФЕЛЕ ...	21
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7. ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАТ-ИОНОВ	25
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОВОДОРОДНОЙ И УКСУСНОЙ КИСЛОТ В СМЕСИ МЕТОДОМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ ...	28
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИОДА МЕЖДУ АМИЛОВЫМ СПИРТОМ И ВОДОЙ	33
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 10. ИДЕНТИФИКАЦИЯ АМИНОКИСЛОТ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	36
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛНОЙ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ КАТИОНООБМЕННИКА	39
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 12. СТАНДАРТИЗАЦИЯ РАСТВОРА ХЛОРИДА НАТРИЯ МЕТОДОМ ИОНООБМЕННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	41
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	43

ВВЕДЕНИЕ

В практическое пособие включены лабораторные работы, выполняемые студентами 4 курса биологического факультета (специальность 1-33 01 01 «Биоэкология») при изучении дисциплины «Физико-химические методы анализа и лабораторный мониторинг». Успешное освоение этой дисциплины невозможно без приобретения практических умений и навыков, связанных с подготовкой пробы к анализу, работой на аналитических приборах, расчетом результатов анализа и их статистической обработкой.

Перечень лабораторных работ, предлагаемых студентам, охватывает различные инструментальные методы анализа, используемые в химико-экологических лабораториях. Студенты выполняют экспериментальные работы по фотометрическому, турбидиметрическому, рефрактометрическому, поляриметрическому, потенциометрическому, хроматографическому определению неорганических и органических веществ в различных объектах, в том числе и в объектах окружающей среды.

В практическом пособии приводятся краткие теоретические основы методов анализа, лежащих в основе лабораторных работ. В него включены инструкции по работе на некоторых приборах (фотоэлектроколориметр, рефрактометр, поляриметр, иономер). Подробно описаны методики выполнения лабораторных работ с указанием необходимого оборудования, реактивов и материалов. Приводятся формулы для расчета результатов анализа и их статической обработки.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В ВИДЕ АММИАЧНОГО КОМПЛЕКСА

Фотометрия (спектрофотометрия) является одним из видов абсорбционных спектрометрических методов анализа.

Спектрометрическими (спектроскопическими) называют методы анализа, основанные на взаимодействии вещества с электромагнитным излучением. Спектрометрические методы, в которых используется электромагнитное излучение оптического диапазона (свет) называют оптическими методами анализа.

Абсорбционные спектрометрические методы основаны на явлении поглощения веществом электромагнитного излучения. Практически в абсорбционных методах измеряют разность интенсивностей электромагнитного излучения, прошедшего через образец и не прошедшего через него.

В основе абсорбционных спектрометрических методов лежит закон, называемый основным законом светопоглощения (законом Бугера-Ламберта-Бера). Согласно данному закону количество электромагнитного излучения, поглощённого раствором, прямо пропорционально концентрации поглощающих частиц и толщине слоя. Аналитическим сигналом в абсорбционной спектрометрии обычно является оптическая плотность, представляющая собой десятичный логарифм отношения интенсивности падающего света к интенсивности света, прошедшего через образец.

В зависимости от вида частиц, взаимодействующих с электромагнитным излучением, спектрометрические методы анализа разделяют на атомные и молекулярные. Молекулярную абсорбционную спектрометрию в ультрафиолетовой (УФ) и видимой областях электромагнитного спектра обычно называют фотометрией (спектрофотометрией).

Для выполнения измерений в фотометрии используют приборы, называемые фотоэлектроколориметрами и спектрофотометрами. В фотоэлектроколориметрах для выделения нужного интервала длин волн применяют набор светофильтров. Величина полуширины пропускания используемых светофильтров составляет в среднем 25–45 нм. Фотоэлектроколориметры обычно используют для проведения серийных измерений концентрации веществ, поглощающих в видимой или длинноволновой УФ-области электромагнитного спектра.

В спектрофотометрах для выделения из спектра испускания источника излучения с нужной длиной волны применяют монохроматоры: дифракционные решётки или призмы. Монохроматор позволяет получить электромагнитное излучение с гораздо более высокой сте-

пенью монохроматичности, чем светофильтр. Спектрофотометры имеют более сложное устройство, чем фотоэлектроколориметры могут быть использованы для получения спектров поглощения веществ, определения концентрации веществ, поглощающих при длинах волн менее 300 нм, имеющих узкие полосы поглощения и т.д.

Прямая фотометрия используется для определения веществ, обладающих достаточно интенсивным собственным поглощением. При таком варианте определения измеряют оптическую плотность раствора вещества при длине волны, соответствующей максимальному поглощению, и далее одним из способов рассчитывают концентрацию вещества в этом растворе. Прямая фотометрия обычно используется для анализа матриц относительно простого состава, в которых отсутствуют вещества, обладающие таким же характером поглощения, что и определяемое вещество, либо мешающие компоненты можно легко отделить в процессе пробоподготовки. Часто в фотометрии, особенно в случае определения неорганических веществ, обладающих незначительным собственным поглощением, измерению оптической плотности предшествует проведение химической реакции, в которой образуется новое вещество, обладающее более интенсивным поглощением. В основе получения окрашенных продуктов могут лежать реакции комплексообразования, окислительно-восстановительные реакции, различные реакции с участием функциональных групп. Так, фотометрическое определение меди основано на образовании обладающего сине-фиолетовой окраской комплексного соединения с аммиаком. Процесс взаимодействия ионов меди с аммиаком носит ступенчатый характер. Устойчивость образующихся комплексов различается мало, поэтому в растворе находится смесь нескольких аммиакатов меди, количественное соотношение которых зависит от концентрации аммиака.

Окраска аммиакатов меди обусловлена $d \rightarrow d^*$ переходами, возникающих вследствие расщепления основного электронного состояния ионов меди в поле лигандов. Молярный коэффициент поглощения тетрааммиаката меди при 610 нм равен $1 \cdot 10^2$.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Фотоэлектроколориметр КФК-2 (или аналогичный).
2. Кюветы с толщиной слоя 2 см.
3. Стандартный раствор соли меди, содержащий 1,000 мг меди в 1 мл. Для приготовления этого раствора навеску 3,981 г пентагидрата сульфата меди ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) растворяют в мерной колбе вместимостью 1,000 л, добавляют 25 мл 2 М раствора серной кислоты и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.
4. Раствор аммиака (5%).

5. Мерный цилиндр или мерная пробирка вместимостью 10 мл.
6. Мерные колбы вместимостью 25,0 мл (7 шт.).

Методика определения

Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика готовят серию градуировочных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 25,0 мл помещают от 2,00 до 10,0 мл стандартного раствора соли меди (табл. 1), добавляют в каждую колбу мерным цилиндром по 5 мл 5%-го раствора аммиака и доводят объем до метки дистиллированной водой. Через 10 минут измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 610 нм (при работе на приборе КФК-2 используют светофильтр с максимумом пропускания при 590 нм) в кювете с толщиной светопоглощающего слоя 2 см относительно дистиллированной воды. Каждое измерение повторяют 3 раза.

Порядок измерения оптической плотности на приборе КФК-2 (рис. 1) заключается в следующем.

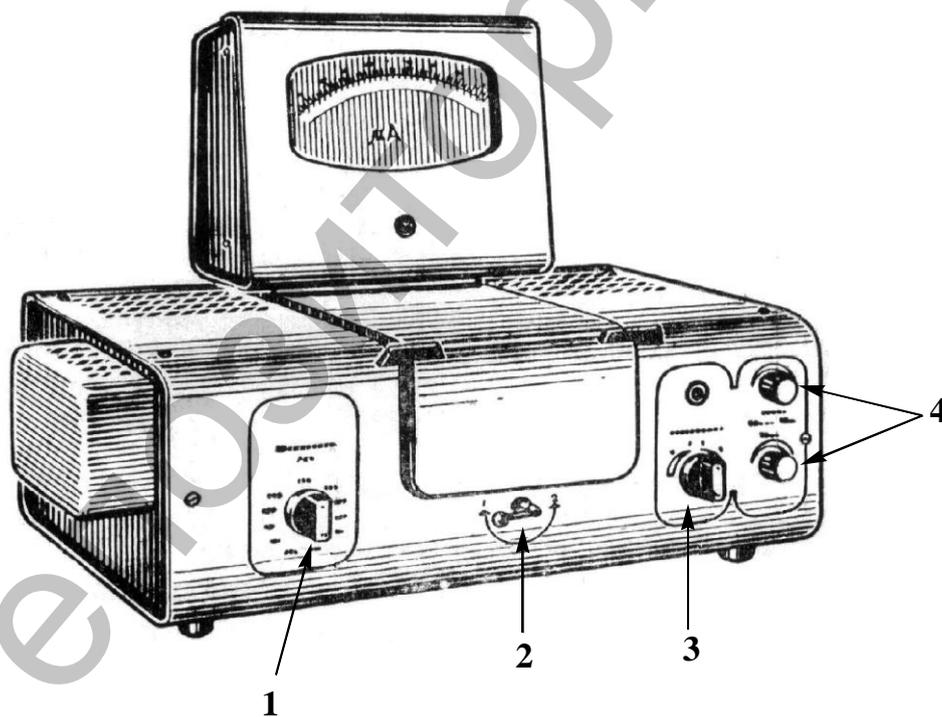


Рис. 1. Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 (обозначения в тексте).

1. Прибор следует включить в сеть за 15 минут до начала измерений. Во время прогрева кюветное отделение должно быть открыто (при этом шторка перед фотоприёмниками перекрывает световой поток).

2. С помощью рукоятки 1 выбирают нужный для работы светофильтр. Светофильтр для работы выбирается с таким расчётом, чтобы максимум его пропускания совпадал с максимумом поглощения вещества.

3. Устанавливают минимальную чувствительность прибора. Для этого рукоятку 3 устанавливают в положение «1» (при работе со светофильтрами с максимумом пропускания менее 540 нм отмеченное чёрным цветом, при работе со светофильтрами более 590 нм – красным цветом), ручку «Установка 100 грубо» – в крайнее левое положение.

4. Помещают в кюветное отделение кювету с раствором сравнения и с исследуемым раствором. Вначале в световой пучок помещают контрольную кювету, закрывают крышку кюветного отделения и с помощью рукоятки 3, а также ручек 4 устанавливают стрелку на шкале на 100%-ное пропускание (нулевую оптическую плотность). Не открывая крышки кюветного отделения, с помощью ручки 2 помещают в световой поток рабочую кювету. Снимают отсчёт по шкале прибора. Процесс измерения оптической плотности раствора рекомендуется повторить несколько раз.

Результаты измерения оптической плотности оформляют в виде таблицы (табл. 1).

Таблица 1

Данные для получения градуировочной зависимости

V , мл	2,00	4,00	5,00	6,00	8,00	10,0
m_{Cu} , мг	2,00	4,00	5,00	6,00	8,00	10,0
A						

По полученным значениям оптической плотности стандартных растворов строят градуировочный график и рассчитывают уравнение градуировочной зависимости (рис. 2). Расчёты параметров градуировочной зависимости рекомендуется проводить с помощью электронных таблиц Microsoft Excel или аналогичной компьютерной программы.

Определение ионов меди в исследуемом растворе. В мерную колбу вместимостью 25,0 мл помещают 10,0 мл анализируемого раствора, прибавляют 5 мл 5% раствора аммиака, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают. Через 10 минут измеряют оптическую плотность полученного раствора и, используя уравнение градуировочной зависимости, рассчитывают массу меди в данном растворе.

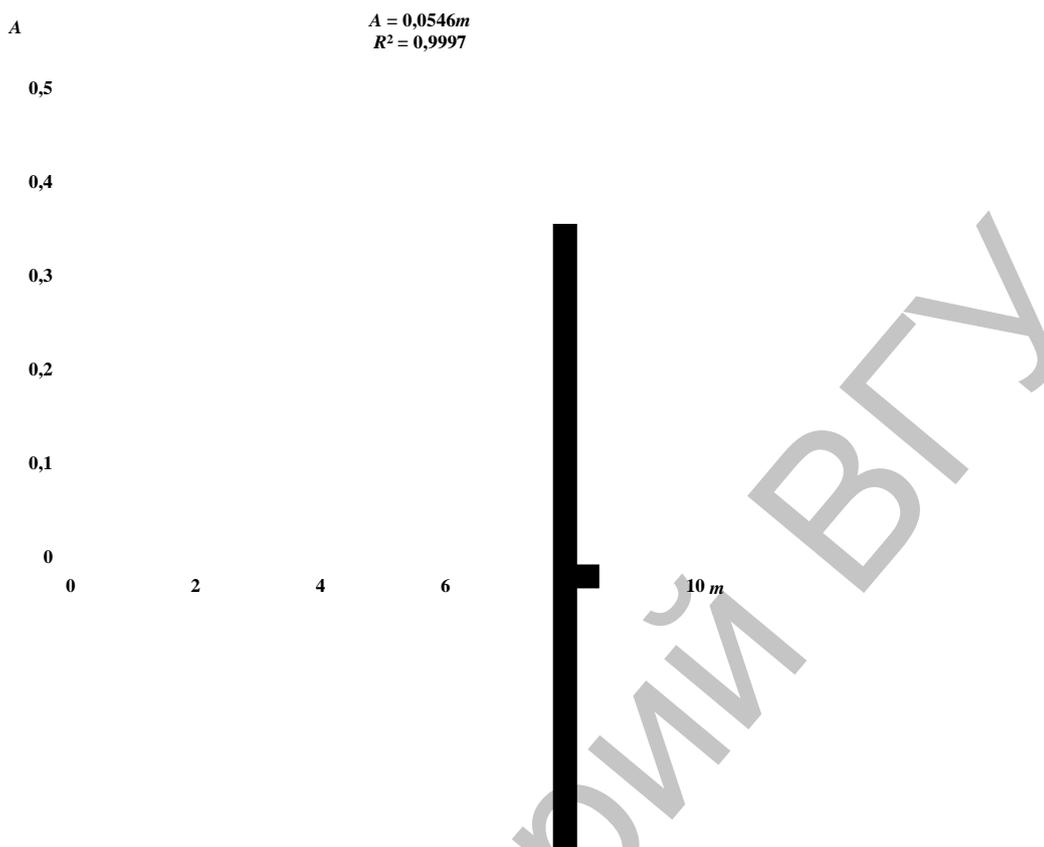


Рис. 2. Возможный вид градуировочного графика для определения меди в виде аммиачного комплекса.

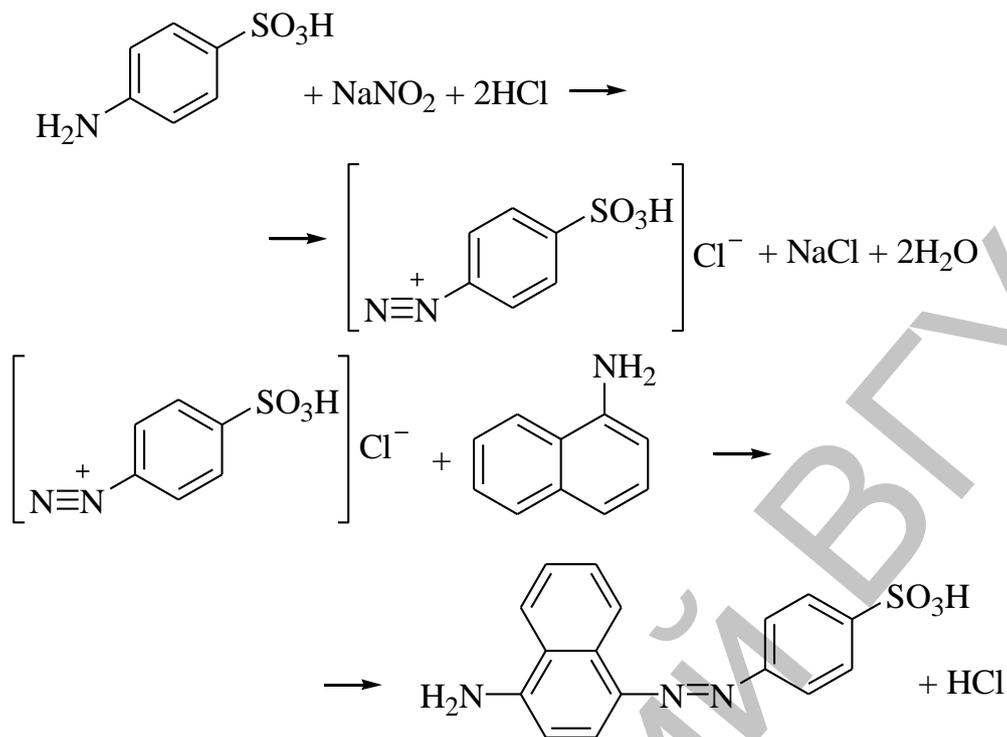
Расчеты. Массовую концентрацию меди (c , мг/л) в исходном анализируемом растворе рассчитывают по формуле:

$$c = \frac{m}{V},$$

где m – масса меди, найденная по градуировочному графику (мг); V – объем пробы, взятой для анализа (л).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТНОГО АЗОТА

Фотометрическое определение нитрит-ионов с помощью реактива Грисса основано на образовании азокрасителя. Сульфаниловая кислота реагирует с азотистой кислотой с образованием соответствующего диазосоединения, которое сочетается с α -нафтиламином, образуя азокраситель, имеющий пурпурную окраску (максимум поглощения при 530 нм):



Область определяемых концентраций нитрит-ионов с помощью данной методики составляет от 10 до 600 мкг/л (от 3 до 180 мкг/л в расчете на азот) при толщине слоя жидкости в кювете 1 см. Молярный коэффициент поглощения окрашенного продукта реакции равен $3,3 \cdot 10^4$.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Фотоэлектроколориметр КФК-2 (или аналогичный).
2. Кюветы с толщиной слоя 5 см.
3. Реактив Грисса, 10% раствор. Реактив готовят по следующей методике: 0,1 г α -нафтиламина растворяют в 100 мл дистиллированной воды при кипячении в течение 15 мин. Раствор охлаждают, добавляют 5 мл ледяной уксусной кислоты и 100 мл 1%-ного раствора сульфаниловой кислоты. Смесь хранят в склянке из темного стекла.

Реактив Грисса можно готовить также по другой методике непосредственно перед употреблением, смешивая равные объемы растворов сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина. Раствор сульфаниловой кислоты готовят растворением 1 г реактива в 300 мл 12 %-ной уксусной кислоты (готовят разведением дистиллированной водой 75 мл ледяной уксусной кислоты до 600 мл). Раствор хранят в темной склянке. Раствор α -нафтиламина готовят растворением 0,2 г реактива в нескольких каплях ледяной уксусной кислоты с последующим смешиванием с 300 мл 12 %-ной уксусной кислоты. Допускается окрашивание реактива α -нафтиламина в слабозеленый цвет. Растворы сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина хранят в темных склянках.

4. Уксусная кислота (концентрированная).

5. Сульфаниловая кислота.

6. Стандартные растворы нитрита натрия NaNO_2 .

- Основной стандартный раствор: 4,927 г высушенного при $110\text{ }^\circ\text{C}$ NaNO_2 растворяют в мерной колбе вместимостью 1,000 л в дистиллированной воде, доводят до метки. Содержание нитритного азота в растворе составляет 1000 мкг/мл. Раствор консервируют прибавлением 1 мл хлороформа. Хранят в склянке из темного стекла.

- Рабочий стандартный раствор. Разбавляют основной стандартный раствор дистиллированной водой в 500 раз. 1 мл рабочего стандартного раствора содержит 2,00 мкг нитритного азота. Раствор используют свежеприготовленным.

7. Мерные колбы вместимостью 100,0 мл (12 шт.).

8. Мерные пипетки вместимостью 1,00 мл и 5,00 мл.

Методика определения

Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика готовят серию стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 100,0 мл помещают от 0,10 мл до 2,00 мл рабочего стандартного раствора (табл. 2), что соответствует содержанию нитритного азота от 0,20 мкг до 4,00 мкг. Добавляют в каждую колбу 5 мл 10%-го раствора реактива Грисса и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Через 40 минут измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 530 нм (светофильтр с максимумом пропускания при 540 нм), используя кюветы с толщиной светопоглощающего слоя 5 см по отношению к дистиллированной воде. Каждое измерение повторяют 3 раза. По средним значениям строят градуировочный график и рассчитывают уравнение градуировочной зависимости. Целесообразно строить два градуировочных графика, для содержания нитритного азота от 0 до 4 мкг и от 0 до 1,6 мкг.

Таблица 2

Данные для получения градуировочной зависимости

V , мл	0,10	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,50	2,00
m_{N} , мкг	0,20	0,40	0,80	1,20	1,60	2,00	3,50	4,00
A								

Определение нитрит-ионов в исследуемом растворе. Пробу объемом 50,0 мл анализируемого образца воды (в пробе должно содержаться не более 4 мкг нитритного азота) помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 мл, прибавляют 5 мл 10% раствора реактива

Грисса и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Через 40 минут раствор измеряют оптическую плотность раствора и по градуировочному графику определяют массу нитритного азота.

Расчёты. Массовую концентрацию нитритного азота (c , мкг/л) в анализируемом образце рассчитывают по формуле:

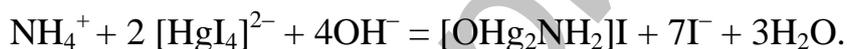
$$c = \frac{m}{V},$$

где m – масса нитритного азота, найденная по градуировочному графику (мкг); V – объем пробы, взятой для анализа (л).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ АММОНИЯ

Ионы аммония определяют фотометрически по реакции с реактивом Несслера. При взаимодействии ионов аммония с данным реактивом образуется соединение, окрашенное в оранжевый цвет:



Интенсивность окраски пропорциональна содержанию ионов аммония в растворе.

Так как соли кальция и магния, обычно содержащиеся в природных водах, при взаимодействии с реактивом Несслера могут выпадать в осадок, их связывают раствором виннокислого натрия-калия (сегнетова соль).

Предел определения ионов аммония – 0,05 мг/л. При содержании ионов аммония в воде больше 3 мг/л пробу следует разбавлять. Как правило, в чистых природных водах содержится 0,01–0,1 мг/л аммонийных солей. Предельно допустимые концентрации аммиака в воде водоемов 2 мг/л (по азоту).

Оборудование, реактивы, материалы

1. Фотоэлектроколориметр КФК-2 (или аналогичный).
2. Кюветы с толщиной слоя 1 см.
3. Электроплитка.
4. Раствор сегнетовой соли $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ – растворяют 50 г соли при нагревании в дистиллированной воде, доводят раствор до 100 мл, перемешивают, фильтруют, добавляют 5 мл 10%-ного раствора NaOH и кипятят 30 мин (для удаления следов NH_3). Объем раствора вновь доводят до 100 мл.
5. Гидроксид натрия (тв.).
6. Сегнетова соль (тв.).

7. Реактив Несслера (щелочной раствор тетраиодомеркурата калия $K_2[HgI_4]$, торговый препарат).

8. Безаммиачная вода. Дистиллированную воду проверяют на содержание аммиака (к 5 мл воды прибавляют 0,1 мл реактива Несслера). При обнаружении аммиака (появляется желтоватое окрашивание) дистиллированную воду кипятят в колбе до уменьшения объема на 1/3. Проверяют отсутствие аммиака и ионов аммония. На этой воде готовят реактивы и ее используют в анализе для разбавления пробы.

9. Стандартные растворы хлорида аммония (NH_4Cl).

- Основной стандартный раствор: 0,2695 г высушенного при 100 °С NH_4Cl растворяют в мерной колбе вместимостью 100,0 мл в безаммиачной воде, доводят такой же водой до метки. Содержание ионов аммония в растворе составляет 1,000 г/мл.

- Рабочий стандартный раствор. Разбавляют основной стандартный раствор дистиллированной водой в 20 раз (5,00 мл раствора разбавляют безаммиачной водой до 100,0 мл). 1 мл рабочего стандартного раствора содержит 50,00 мкг ионов аммония. Раствор используют свежеприготовленным.

10. Мерные колбы вместимостью 50,0 мл (9 шт) и 100,0 мл (2 шт.).

11. Мерные пипетки вместимостью 1,00 мл и 5,00 мл.

12. Пробирки (8 шт.).

Методика определения

Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика готовят серию градуировочных стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50,0 мл помещают от 0 до 3,00 мл рабочего стандартного раствора NH_4Cl (табл. 3) и доводят объем раствора до метки безаммиачной водой. В каждую колбу прибавляют по 1,0 мл раствора сегнетовой соли, перемешивают, затем прибавляют по 1,0 мл реактива Несслера и снова перемешивают. Через 10 минут измеряют оптическую плотность растворов при 400 нм относительно раствора сравнения (безаммиачной воде, к которой добавлены те же реактивы, что и к пробе). Каждое измерение повторяют 3 раза. По средним значениям строят градуировочный график и рассчитывают уравнение градуировочной зависимости.

Таблица 3

Данные для получения градуировочной зависимости

V , мл	0	0,10	0,20	0,50	1,00	1,50	2,00	3,00
$c(NH_4^+)$, мг/л	0	0,10	0,20	0,50	1,00	1,50	2,00	3,00
A								

Определение ионов аммония в исследуемом растворе. К 50,0 мл анализируемой пробы (или к меньшему объёму, содержащему не более 0,15 мг NH_4^+ и разбавленному безаммиачной водой до 50,0 мл) прибавляют 1 мл раствора сегнетовой соли, перемешивают, затем прибавляют 1 мл реактива Несслера и снова перемешивают. Через 10 минут измеряют оптическую плотность окрашенного раствора при тех же условиях, что и при построении градуировочного графика. По уравнению градуировочной зависимости рассчитывают концентрацию ионов аммония (мг/л) в растворе.

Расчеты. Массовую концентрацию аммиака и ионов аммония (c , мг/л) в анализируемом образце рассчитывают по формуле:

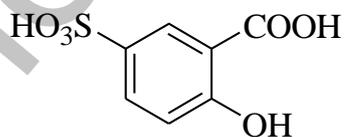
$$c = \frac{c \cdot 50,0}{V},$$

где c – массовая концентрация ионов аммония (мг/л), рассчитанная по уравнению градуировочного графика; V – объем пробы, взятый для анализа (мл).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА ПРИ ПОМОЩИ СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Методика определения общего железа основана на том, что сульфосалициловая кислота или ее натриевая соль образуют с солями железа окрашенные комплексные соединения, причем в слабокислой среде сульфосалициловая кислота реагирует только с солями железа (III), а в слабощелочной среде – с солями железа (III) и (II) (желтое окрашивание, обусловленное образованием трисульфосалицилата железа).



сульфосалициловая
кислота

Сульфогруппа не участвует в процессе комплексообразования. Преимуществом сульфосалициловой кислоты по сравнению с салициловой является ее лучшая растворимость в воде.

ПДК железа в питьевой воде равна 0,3 мг/л.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Фотометр КФК-3 (или фотоэлектроколориметр).
2. Кюветы с толщиной слоя 5 см.

3. Стандартный раствор железа (0,1 мг/мл). Для приготовления раствора в воде, подкисленной 10 мл концентрированной серной кислоты ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) растворяют 0,8634 г железосаммонийных квасцов $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$. Объем раствора доводят водой до 1 л.

4. Исследуемые образцы природных вод.

5. Аммиак (конц.).

6. Сульфосалициловая кислота, 10% раствор (или сульфосалицилат натрия, насыщенный раствор).

7. Мерные колбы вместимостью 50,0 мл (7 шт.).

8. Мерные пипетки градуированные вместимостью 1,00 мл;

9. Пипетки Мора вместимостью 20,0 мл.

Методика определения

Построение градуировочного графика. В мерную колбу вместимостью 50,0 мл помещают от 0,10 до 1,00 мл стандартного раствора железа, что соответствует концентрации железа в конечном растворе от 0,20 до 2,0 мг/л (табл. 4). Затем в каждую колбу добавляют по 5,0 мл раствора сульфосалициловой кислоты и аммиака. Содержимое колб доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученных растворов при длине волны 440 нм в кюветах с толщиной слоя 5 см относительно контрольного опыта. Каждое измерение повторяют 3 раза. По полученным экспериментальным данным рассчитывают уравнение зависимости оптической плотности от концентрации железа (мг/л) в конечном растворе.

Таблица 4

Данные для получения градуировочной зависимости

V, мл	0,10	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
c_{Fe} , мг/л	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	2,00
A						

Определение общего железа в образце воды. В мерную колбу вместимостью 50,0 мл помещают 20,0 мл анализируемого образца воды. Затем в колбу помещают 5,0 мл раствора сульфосалициловой кислоты; 5,0 мл раствора аммиака, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 440 нм относительно контрольного опыта. По уравнению градуировочной зависимости рассчитывают содержание железа в конечном растворе, полученном для анализируемого образца природной воды.

Расчеты. Массовую концентрацию железа (мг/л) в анализируемом образце природной воды рассчитывают по формуле

$$c_0 = c \cdot 2,50,$$

где c – концентрация общего железа в конечном растворе, полученном при разбавлении анализируемой пробы.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ВЕЩЕСТВА В РАСТЕНИЯХ

Рефрактометрия – метод анализа, основанный на измерении показателя преломления.

Преломлением света называется явление изменения направления световой волны при прохождении границы раздела двух прозрачных сред. Характеристикой преломления света является показатель преломления. В аналитической практике используется относительный показатель преломления (n), который равен отношению скорости света в воздухе к скорости света в данной среде.

Показатель преломления не зависит от угла падения света, но зависит от его длины волны, а также от плотности среды, поляризуемости вещества и температуры. Длина волны и температура, при которой измерен показатель преломления, обозначают, соответственно, надстрочным и подстрочным индексами. Вместо длины волны часто применяемых спектральных линий обычно указывают их буквенное обозначение. В аналитической практике обычно используют величины показателей преломления, измеренные при температуре 20 °С и длине волны 589,3 нм, соответствующей D -линии в спектре натрия. Показатель преломления, определённый при таких условиях, обозначается n_D^{20} .

Определение сухого вещества в растениях, описанное в данной лабораторной работе, основано на измерении показателя преломления сока исследуемых растений.

В аналитической практике для рефрактометрических измерений обычно используют рефрактометры Аббе (рис. 3). Основной частью такого рефрактометра являются две прямоугольные призмы: измерительная и вспомогательная. Измерительная призма изготовлена из стекла с большим показателем преломления и имеет полированную гипотенузную грань. Вспомогательная откидная призма имеет матированную (шероховатую) гипотенузную грань. Между призмами помещается тонкий слой (около 0,1 мм) исследуемой жидкости.



Рис. 3. Внешний вид рефрактометра ИРФ-154.

На рис. 4 показано устройство рефрактометра Аббе и ход световых лучей в нем при измерении показателя преломления методом скольжения. Такой метод используется при определении показателей преломления прозрачных жидкостей. Свет проникает в вспомогательную призму (3) через грань ae , выходит из неё через матированную грань ab , где рассеивается и под различными углами проходит через исследуемую жидкость и падает на грань cd призмы (4). Лучу, скользящему в жидкости ($i = 90^\circ$), соответствует предельный луч преломления, разделяющий светлую и тёмную области. Величина показателя преломления отсчитывается по шкале при совмещении границы светлого и тёмного полей с перекрестием нитей в поле зрительной трубы.

При обычных рефрактометрических измерениях используют немонахроматическое излучение (дневной свет или свет электрической лампы накаливания). Поскольку показатель преломления зависит от длины волны света, то граница между светом и тенью для немонахроматического излучения будет размытой и окрашенной. Для устранения данного явления в рефрактометре имеется компенсатор, состоящий из двух призм Амичи. Такие призмы склеены из трёх призм, изготовленных из материала с разным показателем преломления. Призмы подбираются таким образом, чтобы через компенсатор проходило лишь излучение с длиной волны 589,3 нм. Излучение с другой длиной волны будут отклоняться в ту или иную сторону.

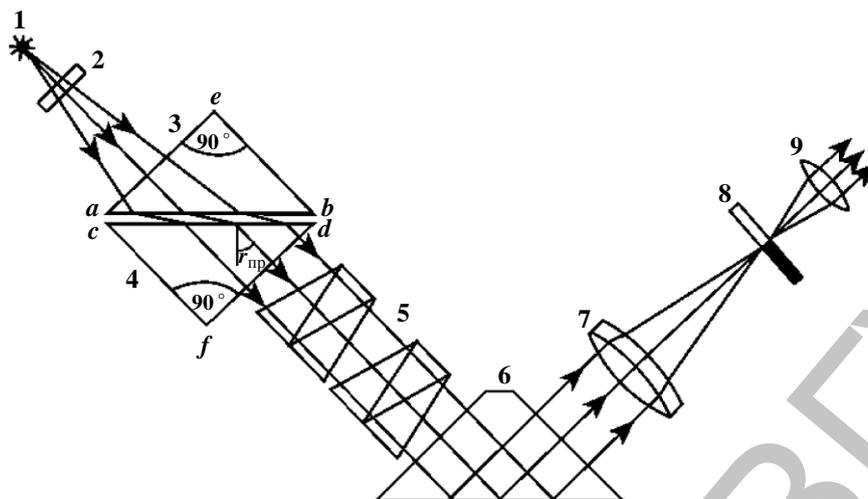


Рис. 4. Устройство рефрактометра Аббе (показан ход лучей при измерении показателя преломления методом скольжения):

- 1 – источник света; 2 – осветительное зеркало;
 3 – вспомогательная откидная призма; 4 – измерительная призма;
 5 – компенсатор (призмы Амичи); 6 – поворотная призма;
 7 – объектив зрительной трубы; 8 – шкала; 9 – окуляр зрительной трубы.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Рефрактометр ИРФ-454 (или аналогичный).
2. Скальпель.
3. Ступка с пестиком.
4. Марля.
5. Фильтровальная бумага.
6. Воронка.
7. Колба коническая вместимостью 50 мл.
8. Оплавленная стеклянная палочка.

Методика определения

Перед началом работы проверяют показания прибора по дистиллированной воде. На нижнюю призму рефрактометра оплавленной стеклянной палочкой наносят несколько капель дистиллированной воды, опускают верхнюю призму и через 2-3 минуты проводят измерение. Граница света и тени должна быть четкой и проходить через точку пересечения нитей. Величина n_D^{20} для дистиллированной воды равна 1,3330. При повышении температуры на 1°C величина показателя преломления воды уменьшается приблизительно на 0,0001.

Измельчают пробу свежих плодов или овощей, отжимают сок и фильтруют его через крупнопористый бумажный фильтр в колбу.

Призмы рефрактометра вытирают сухой марлей и оплавленной стеклянной палочкой наносят 1–2 капли исследуемой жидкости. Опускают верхнюю призму и через 2–3 минуты производят измерение показателя преломления. Измерение проводят 5 раз. Если температура исследуемого сока отличается от 20°C, то следует учесть, что при повышении температуры на 1°C величина его показателя преломления уменьшается на 0,0003.

Расчеты. По данным, приведенным в табл. 5, по величине n_D^{20} определяют массовую долю (ω , %) сухого вещества в анализируемом растении.

Таблица 5

Зависимость показателя преломления от массовой доли сухого вещества

n_D^{20}	ω , %						
1,3344	1	1,3448	8	1,3557	15	1,3672	22
1,3359	2	1,3464	9	1,3573	16	1,3689	23
1,3374	3	1,3479	10	1,3589	17	1,3706	24
1,3388	4	1,3494	11	1,3605	18	1,3723	25
1,3403	5	1,3510	12	1,3622	19	1,3740	26
1,3418	6	1,3526	13	1,3638	20	1,3758	27
1,3433	7	1,3541	14	1,3655	21	1,3775	28

Если в табл. 5 отсутствует измеренная величина n_D^{20} , для расчетов используют метод интерполяции. Например, показателю преломления, равному 1,3425, соответствует массовая доля сухого вещества:

$$\omega = 6,0 + \frac{1,3425 - 1,3418}{1,3433 - 1,3418} = 6,5\%.$$

Результаты оформляют в виде таблицы (табл. 6). Проводят статистическую обработку результатов измерений (табл. 7 и 8).

Таблица 6

Результаты определения сухого вещества в растениях

Исследуемое растение	n_D^{20}	$\omega\%$	Метрологические характеристики ($\alpha = 0,05$)
...	$\bar{\omega} = \dots$
	$S^2 = \dots$
	$S_{\bar{x}} = \dots$
	$\Delta\bar{\omega} = \dots$
	$S_r = \dots$

Таблица 7

**Расчет основных метрологических характеристик
результатов анализа**

Характеристика	Расчетная формула
Выборочное среднее	$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$
Выборочная дисперсия (исправленная)	$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}$
Выборочное стандартное отклонение	$S = \sqrt{S^2}$
Стандартное отклонение выборочного среднего	$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}}$
Относительное стандартное отклонение	$S_r = \frac{S}{\bar{x}}$
Границы доверительного интервала	$\Delta x = S_{\bar{x}} \cdot t(\alpha, f)$

Таблица 8

Коэффициенты t распределения Стьюдента

Число степеней свободы f	Уровень значимости α		
	0,90	0,95	0,99
1	6,31	12,71	63,66
2	2,92	4,30	9,93
3	2,35	3,18	5,84
4	2,13	2,78	4,60
5	2,02	2,57	4,03
6	1,94	2,45	3,71
7	1,90	2,37	3,50
8	1,86	2,31	3,36
9	1,83	2,26	3,25
10	1,81	2,23	3,17
15	1,75	2,13	2,95
20	1,73	2,09	2,85
∞	1,66	1,96	2,58

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6

ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРАХМАЛА В КАРТОФЕЛЕ

Поляриметрией называют спектрометрический метод анализа, основанный на измерении оптического вращения.

Оптическое вращение – это характеристика способности вещества вращать плоскость поляризации поляризованного света. Удельное оптическое вращение $[\alpha]_D^{20}$ вещества в растворе представляет собой угол вращения α плоскости поляризации, выраженный в градусах ($^\circ$), при длине волны линии D спектра натрия ($\lambda = 589,3$ нм), измеренный при температуре 20 $^\circ\text{C}$ в растворе испытуемого вещества, и рассчитанный для слоя 1 дм в пересчете на содержание 1 г вращения для приготовленных растворов.

Для определения угла оптического вращения, являющегося аналитическим сигналом в поляриметрии, используют приборы, называемые поляриметрами. Круговой поляриметр состоит из источника излучения; поляризатора; кюветы (трубки), в которую помещают исследуемый раствор; анализатора; шкалы и окуляра. В простейшем поляриметре используется визуальная детекция.

Призма Николя представляет собой две одинаковых треугольных призмы из исландского шпата, склеенных тонким слоем канадского бальзама. Призмы вытачиваются так, чтобы торец был скошен под углом 68° относительно направления проходящего света, а склеиваемые стороны составляли прямой угол с торцами. При этом оптическая ось кристалла находится под углом 64° с направлением света. Анализатор (тоже Николь) может вращаться вокруг оптической оси прибора. Если плоскости поляризации двух призм расположены друг относительно друга под прямым углом, то свет не проходит (поле равномерно затемнено). Вначале прибор настраивают по растворителю. Если пропустить свет через раствор оптически активного вещества, то плоскость поляризации повернется на некоторый угол влево или вправо и освещенность поля зрения изменится – появится полутень. Чтобы вернуться к исходному положению, необходимо повернуть анализатор на такой же угол. Величину угла отсчитывают по шкале в градусах, а с помощью нониуса – до десятых долей градуса.

Вещества, способные вращать плоскость поляризации поляризованного света, называют оптически активными. Поляриметрический метод анализа используют для идентификации и количественного определения различных оптически активных веществ, например углеводов. Определение крахмала основано на поляриметрическом определении полученной при гидролизе глюкозы. Крахмал извлекают из ис-

следуемого образца обработкой холодной и горячей водой. Освобождаются от белков путем обработки раствора фосфорно-вольфрамовой кислотой, ацетатом цинка, гексацианоферратом (III) калия или другими осадителями. Проводят кислотный гидролиз крахмала и определяют образующуюся глюкозу.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Поляриметр портативный П-161 (или аналогичный).
2. Весы теххимические.
3. Скальпель.
4. Фарфоровая ступка.
5. Мерная колба вместимостью 100,0 мл.
6. Цилиндр вместимостью 25 мл.
7. Плитка электрическая.
8. Водяная баня.
9. Пипетка вместимостью 2,00 мл (2 шт.).
10. Фильтровальная бумага.
11. Воронка.
12. Коническая колба вместимостью 150 мл (2 шт.).
13. 1% раствор HCl.
14. 5% раствор HCl.
15. Дистиллированная вода.
16. 30% раствор ZnSO₄.
17. 15% раствор K₄[Fe(CN)₆].

Методика определения

1. Подготовка пробы

Пробу свежего картофеля массой 25,0 г измельчают с помощью тёрки и помещают в фарфоровую ступку. Добавляют 5 мл 5% раствора HCl и растирают до однородной массы.

Содержимое ступки переносят в коническую колбу, добавляют 25 мл 1% раствора HCl, одновременно ополаскивая ступку. Колбу помещают на 15 минут в кипящую водяную баню. Затем содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 мл и добавляют 35–40 мл дистиллированной воды. Колбу охлаждают и вносят в нее 1 мл 30% раствора ZnSO₄ и 1 мл 15% раствора K₄[Fe(CN)₆], для осаждения белков. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду. Полученный прозрачный фильтрат используют для дальнейших поляриметрических измерений.

2. Выполнение поляриметрических измерений

2.1. Освещение прибора

Дневной свет или свет от матовой электрической лампочки направляют в прибор с помощью зеркала. Через окуляр прибора наблюдают фотометрическое поле. Перемещением окуляра добиваются резкого изображения линий раздела тройного поля. Вращением анализатора тройное поле устанавливают на равномерную затемнённую тройного поля (рис. 5). Путем вращения зеркала и перемещения осветителя или самого прибора добиваются максимальной и равномерной освещенности.

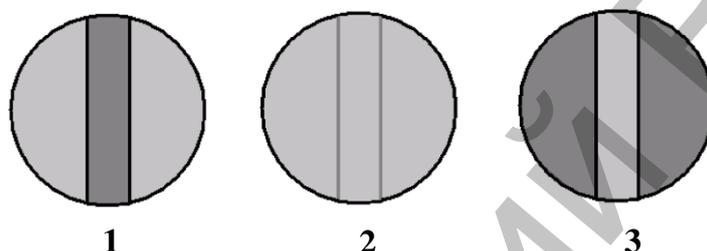


Рис. 5. Вид тройного поля в зависимости от положения нониуса:

1 – нониус находится в крайнем правом положении;

2 – нулевое положение;

3 – нониус находится в крайнем левом положении.

2.2. Определение нулевого положения прибора

Определение нулевого отсчета проводят без трубки или с трубкой, заполненной водой. Перемещением окуляра устанавливают его по глазу на резкое изображение разделяющих линий тройного поля зрения. После этого вращением анализатора добиваются равномерного затемнения тройного поля.

Установку на равномерную затемненность тройного поля повторяют пять раз. Каждый раз проводят отсчет по нониусу (рис. 6). Средняя величина из пяти измерений является нулевым отсчётом прибора или поправкой на «0».



Рис. 6. Градусная шкала и нониус.

2.3. Заполнение трубки исследуемым раствором

Перед началом измерений трубку для растворов тщательно очищают от возможных загрязнений.

Заполнение трубки раствором ведется до тех пор, пока на ее верхнем конце не появится выпуклый мениск. Этот мениск сдвигается в сторону при надвигании на него покровного стекла. Затем на покровное стекло накладывается резиновая прокладка и наворачивается раковина. После заполнения трубки исследуемой жидкостью покровные стекла с наружной стороны должны быть тщательно прочищены. В трубке не должно быть воздушных пузырей. Во избежание появления натяжений в покровных стеклах раковины нельзя завертывать туго.

Температура окружающей среды при проведении измерений должна находиться в пределах $20^{\circ} \pm 3^{\circ} \text{C}$.

2.4. Определение угла вращения плоскости поляризации плоскополяризованного света

Трубку с испытуемым раствором помещают в соединительную трубку прибора, затем устанавливают окуляр по глазу на резкое изображение разделяющих линий поля зрения.

Поворотом анализатора устанавливают тройное поле на равномерную затемненность и проводят отсчет в следующем порядке. Вначале смотрят на сколько полных градусов повернут нуль нониуса по отношению к лимбу. Затем подсчитывают число делений от нуля нониуса до штриха нониуса, совпадающего с градусным штрихом лимба и умножают полученное число делений на $0,1^{\circ}$. К числу градусов, определенных по лимбу, прибавляют отсчет по нониусу (например, изображенное на рис. 6 показание шкалы соответствует $1,9^{\circ}$). Из полученного среднего значения угла поворота плоскости поляризации вычитают поправку на «0», обязательно учитывая знак поправки.

3. Расчет результатов анализа

Результаты анализа рассчитывают по формуле:

$$\omega = \frac{100 \cdot \alpha \cdot V}{[\alpha]_D^{20} \cdot l \cdot g},$$

где ω – содержание (массовая доля) крахмала в растении, %; α – угол вращения плоскости поляризации плоскополяризованного света, градусы круговой шкалы; $[\alpha]_D^{20}$ – удельное вращение гидролизата крахмала анализируемой культуры (для картофеля – 194,5); l – длина

трубки поляриметра, дм; V – объем раствора, в котором гидролизована навеска вещества, мл; g – навеска исследуемого вещества, г.

Проводят статистическую обработку результатов измерений (расчётные формулы и необходимые справочные данные приведены в табл. 7 и 8). Результаты оформляют в виде таблицы (табл. 9).

Таблица 9

Результаты определения крахмала в картофеле

α	$\omega\%$	Метрологические характеристики ($\alpha = 0,95$)
...	...	$\bar{\omega} = \dots$
...	...	$S^2 = \dots$
...	...	$S_{\bar{x}} = \dots$
...	...	$\Delta\bar{\omega} = \dots$
...	...	$S_r = \dots$

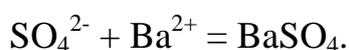
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7

ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАТ-ИОНОВ

Турбидиметрия является одним из спектрометрических методов анализа, основанных на рассеянии электромагнитного излучения. Рассеянием называется случайное изменение направления распространения электромагнитного излучения при взаимодействии с веществом.

Рассеяние света может быть упругим и неупругим. При упругом рассеянии длина волны электромагнитного излучения в результате рассеяния не изменяется. Упругое рассеяние лежит в основе турбидиметрического и нефелометрического методов анализа. При неупругом рассеянии длина волны рассеянного света отличается от длины света, попадающего на образец. Такое рассеяние используется в спектрометрии комбинационного рассеяния.

Турбидиметрический метод анализа основан на измерении интенсивности света прошедшего через дисперсную систему. В основе турбидиметрического определения сульфат-ионов лежит реакция образования сульфата бария:



Аналитическим сигналом в турбидиметрии является мутность. Величина аналитического сигнала в турбидиметрии сильно зависит от размера частиц, поэтому в процессе анализа необходимо строго соблюдать температуру, концентрации реагентов, время измерения. Для того чтобы продукт реакции не выпадал в виде осадка, в раствор добавляют стабилизаторы, например глицерин или поливиниловый спирт.

Содержания сульфатов в незагрязненных речных водах и водах пресных озер обычно находится в пределах от 5 до 500 мг/л, в дождевых водах – от 1 до 10 мг/л. ПДК сульфатов для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 500 мг/л.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Фотоэлектроколориметр КФК-2 (или аналогичный)
2. Кюветы с толщиной слоя 1 см.
3. Стандартный раствор сульфата натрия, $c(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,100$ моль/л.
4. Растворы сравнения: в мерные колбы вместимостью 100,0 мл помещают указанные в табл. 10 объемы 0,100 М Na_2SO_4 . Объемы растворов доводят до меток дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Растворы в склянках с притертыми пробками хранятся не более 1 месяца.

Таблица 10

Приготовление растворов сравнения

Характеристика	Номер раствора сравнения.							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем 0,100 М Na_2SO_4 , мл	0	1,00	2,00	4,00	6,00	8,00	10,0	12,0
Концентрация сульфат-ионов в растворах сравнения (c), мг/л	0	96,0	192	384	576	768	960	1150

3. Осаждающий раствор с глицерином. Навеску массой 20,0 г дигидрата хлорида бария помещают в мерную колбу вместимостью 500,0 мл. Приливают 300 мл дистиллированной воды и 60 мл 1 М HCl . После полного растворения хлорида бария ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Приготовленный раствор смешивают с глицерином в отношении 1:1. Раствор хранят не более 3 месяцев.

4. Исследуемые образцы воды.

7. Пробирки объемом 15-20 мл с пробкой (10 шт.).
8. Мерные пипетки градуированные вместимостью 1,00 мл;
9. Пипетки Мора вместимостью 10,0 мл.

Методика определения

Построение градуировочного графика. В пробирки помещают по 1,00 мл растворов сравнения. В каждую пробирку прибавляют по 10,0 мл осаждающего раствора с глицерином и тщательно перемешивают. Измерение мутности смесей проводят не раньше чем через 10 минут после прибавления осаждающего раствора в кюветах с толщиной слоя 1 см относительно раствора сравнения № 1, используя светофильтр с максимумом пропускания при 540 нм. Перед помещением в кювету содержимое пробирки взбалтывают. Взвесь оптически устойчива в течение 7 часов. По полученным данным рассчитывают уравнение градуировочной зависимости мутности растворов от концентрации сульфат-ионов в растворах сравнения. Примерный вид градуировочного графика показан на рис. 7.

Определение содержания сульфат-ионов в образце воды. В пробирку помещают 1,00 мл испытуемого образца воды. Прибавляют 10,0 мл осаждающего раствора и тщательно перемешивают. Измеряют мутность смеси так же, как и в случае градуировочных растворов. По уравнению градуировочного графика рассчитывают концентрацию сульфат-ионов (мг/л) в испытуемом образце воды.

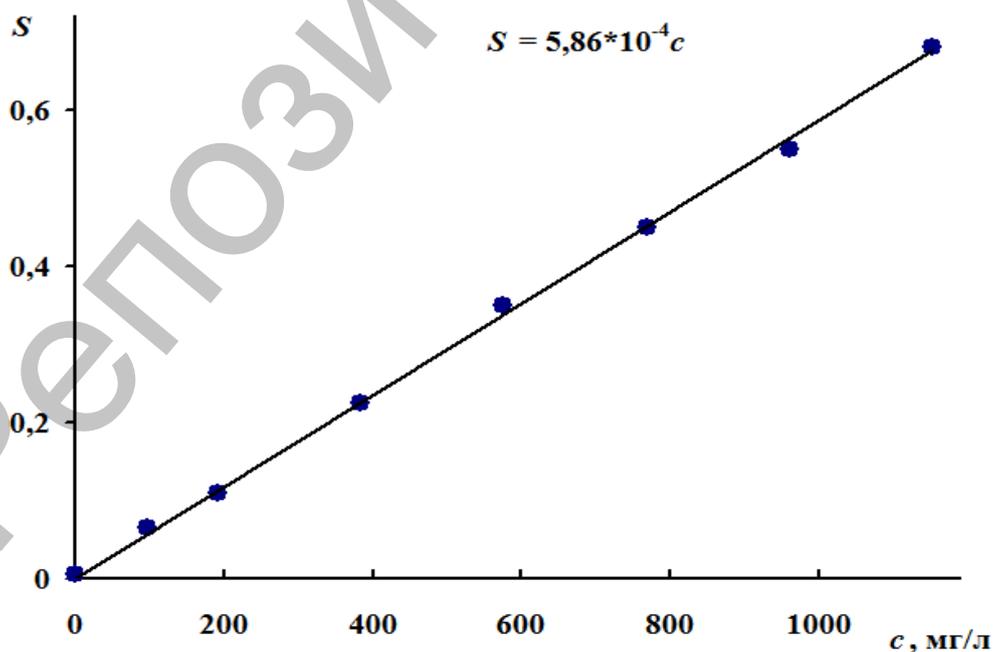


Рис. 7. Примерный вид градуировочного графика для турбидиметрического определения сульфат-ионов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОВОДОРОДНОЙ И УКСУСНОЙ КИСЛОТ В СМЕСИ МЕТОДОМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Потенциометрическими называют методы анализа, основанные на измерении зависимости равновесного электродного потенциала от активности определяемого иона. Различают два вида потенциометрических измерений: прямые и косвенные (потенциометрическое титрование). В случае прямой потенциометрии («ионометрии») измеряют величину ЭДС и по ней находят активность (концентрацию) определяемого иона. Потенциометрическим титрованием называется метод анализа, основанный на регистрации изменения потенциала индикаторного электрода в процессе химической реакции между определяемым веществом и титрантом. Обычно в процессе титрования измеряют потенциал индикаторного электрода после добавления определенной порции титранта к анализируемому раствору. Объем прибавляемого титранта по мере приближения к конечной точке титрования уменьшают. Скачкообразное изменение потенциала индикаторного электрода происходит в области конечной точки титрования.

Конечную точку потенциометрического титрования обнаруживают с использованием кривой, ее производных, а также методом Грана. На рис. 8 показаны различные варианты обнаружения конечной точки титрования сильной кислоты раствором щелочи. Конечной точке титрования на исходной кривой титрования соответствует точка максимального наклона (точка перегиба) кривой. Для ее нахождения проводят две параллельные касательные к верхней и нижней частям кривой и соединяют их прямой так, чтобы точка пересечения ее с кривой титрования делила эту прямую на две равные части. Конечной точке титрования на первой производной кривой титрования соответствует точка экстремума (в данном случае – точка максимума), второй производной – точка пересечения прямой, соединяющей две ветви кривой, с осью абсцисс. При использовании метода Грана конечной точке титрования соответствует точка пересечения прямых.

Потенциометрический метод анализа позволяет провести количественное определение компонентов в смеси кислот, если константы кислотности различаются не менее чем на три порядка. Например, при титровании смеси, содержащей хлороводородную и уксусную кислоты, на кривой титрования обнаруживаются два скачка. Первый свидетельствует об окончании титрования хлороводородной кислоты, второй – уксусной кислоты.

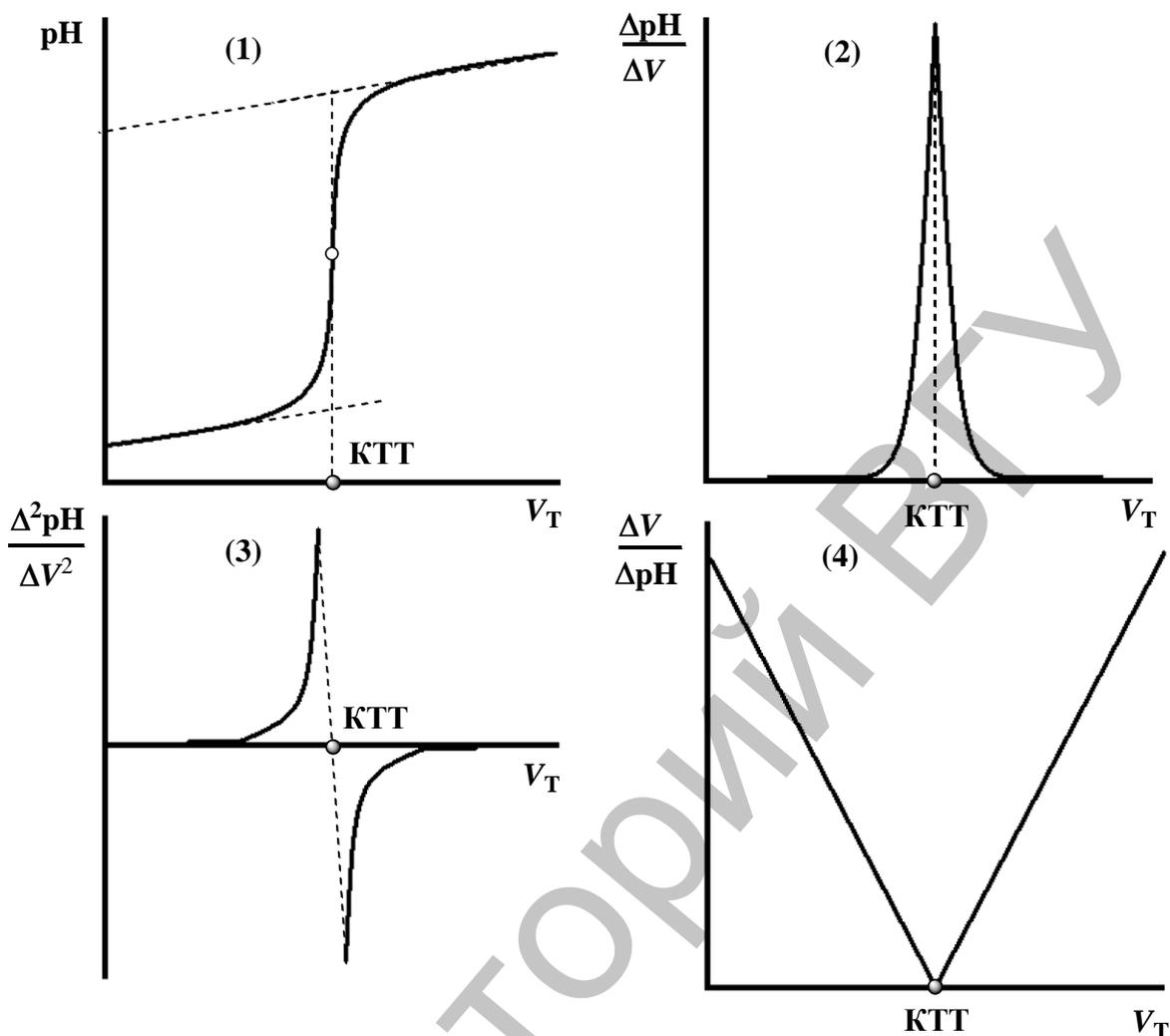


Рис. 8. Кривая потенциметрического титрования сильной кислоты (1), ее первая (2) и вторая (3) производные, а также обнаружение конечной точки титрования методом Грана (4).

Оборудование, реактивы, материалы

1. Ионмер или рН-метр со стеклянным и хлоридсеребряным электродами.
2. Магнитная мешалка, магнит.
3. Химические стаканы объемом 100 мл.
4. Пипетка Мора вместимостью 10,0 мл.
5. Мерная колба вместимостью 100,0 мл.
6. Бюретка вместимостью 25,0 мл.
7. Воронка для бюретки.
8. Стандартный раствор NaOH (0,1 М). Точную концентрацию NaOH устанавливают индикаторным титрованием с метиловым оранжевым стандартного раствора HCl.
9. Стандартный раствор HCl (0,1 М).

10. Раствор метилового оранжевого.
11. Хлороводородная кислота (конц).
12. Уксусная кислота (конц).
13. Дистиллированная вода.

Методика определения

Настройка прибора и измерение рН раствора. Потенциометрическое определение рН основано на измерении ЭДС гальванического элемента, состоящего из индикаторного электрода, потенциал которого зависит от активности ионов водорода в растворе, и электрода сравнения. В качестве индикаторного электрода при измерении рН обычно используют стеклянный электрод. В качестве электрода сравнения может быть взят хлоридсеребряный электрод (рис. 9).

При работе со стеклянным и другими ионоселективными электродами необходима их предварительная градуировка. При измерении рН для градуировки используют стандартные буферные растворы (табл. 11). Настройку иономера обычно проводят по двум буферным растворам, значения рН которых близки к верхней и нижней границе диапазона рН, в котором будут проводиться последующие измерения.

Таблица 11

Некоторые стандартные буферные растворы, используемые для градуировки стеклянного электрода	
Буферная система	рН (20 °С)
0,05 М раствор тетраоксалата калия	1,675
насыщенный (20 °С) раствор гидротартрата калия	3,557
0,05 М раствор гидрофталата калия	4,002
0,025 М KH_2PO_4 / 0,025 М Na_2HPO_4	6,881
0,01 М раствор тетрабората натрия	9,225

Если для измерения рН используется иономер И-130М, то его настройку проводят в следующей последовательности.

1. Подключают прибор к сети и дают ему прогреться в течение 30 минут. Погружают электродную систему (электрод сравнения должен быть расположен немного ниже индикаторного) и термометр (при ручной термокомпенсации) в первый контрольный раствор. Определяют температуру этого раствора и устанавливают ее значение с помощью настройки «t раствора °С» (рис. 10).

2. После установления показаний нажимают кнопку «ИНД.» и, ориентируясь по показаниям цифрового табло, с помощью настройки

«рХ_и» (соответствующим переключателем грубо и шлицем – плавно) устанавливают значение рН первого контрольного раствора.

3. Отжимают кнопку «ИНД.» и с помощью настройки E_и устанавливают, ориентируясь по показаниям цифрового табло, значение рН первого контрольного раствора при данной температуре.

4. Удаляют пробу с первым контрольным раствором, промывают электроды дистиллированной водой, удаляют остатки воды фильтровальной бумагой и затем погружают электроды во второй контрольный раствор.

5. С помощью настройки крутизны «S%» устанавливают по цифровому табло значение рН второго контрольного раствора при данной температуре. После этого рекомендуется провести проверку настройки прибора по первому контрольному раствору и при несовпадении значения рН повторить весь процесс настройки.

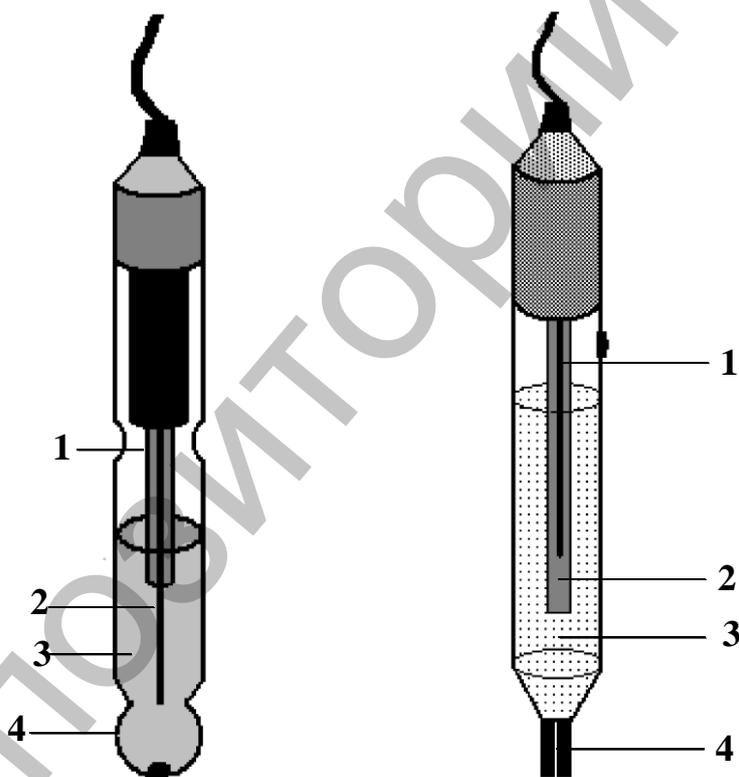


Рис. 9. Электроды, используемые при потенциометрическом измерении рН.

Слева – стеклянный электрод (1 – внутренний хлоридсеребряный электрод; 2 – серебряная проволока, покрытая AgCl; 3 – 0,1 М HCl, насыщенный AgCl; 4 – стеклянная рН-чувствительная мембрана)

Справа – хлоридсеребряный электрод (1 – серебряная проволока, покрытая AgCl; 2 – внутренний насыщенный раствор KCl; 3 – внешний насыщенный раствор KCl; 4 – асбестовое волокно).

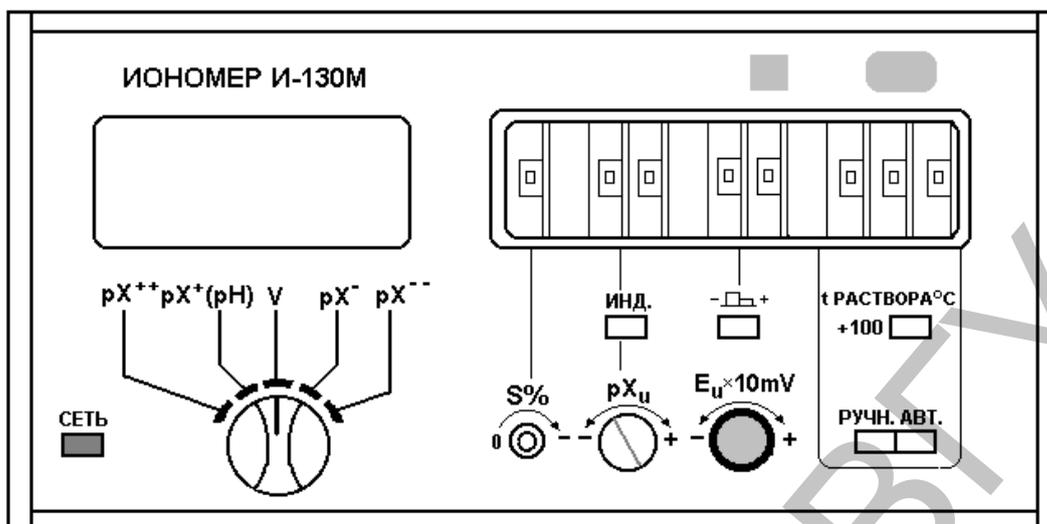


Рис. 10. Передняя панель иономера лабораторного И-130М.

После того как прибор будет настроен, электроды промывают дистиллированной водой, осторожно удаляют избыток воды с их поверхности фильтровальной бумагой, затем погружают их в исследуемый раствор и фиксируют показания на цифровом табло. После окончания измерений электроды промывают дистиллированной водой и оставляют их погруженными в стаканчик с водой.

Проведение потенциометрического титрования. В два стаканчика помещают одинаковые объемы исследуемого раствора. Раствор, находящийся в первом стаканчике, используют для проведения приближенного титрования. Для этого устанавливают стаканчик с раствором на магнитную мешалку, погружают в него магнит, а также стеклянный и хлоридсеребряный электроды, соединенные с рН-метром. Включают магнитное перемешивание и, убедившись, что магнит не задевает электроды, измеряют первое значение рН. Опускают носик бюретки, заполненной 0,1 М NaOH, в стаканчик (так, чтобы он не касался исследуемого раствора) и порциями по 0,5 мл добавляют титрант в раствор. После добавления каждой порции титранта производят измерение рН, дав предварительно установиться показаниям прибора. Полученные данные заносят в лабораторный журнал. Устанавливают первый и второй скачки титрования (резкое изменение рН). По достижении второго скачка титрования продолжают титрование до тех пор, пока не убеждаются, что дальнейшее изменение рН незначительно.

Во втором стаканчике проводят точное титрование. После установления первого скачка при приближенном титровании (например, при добавлении 5 мл 0,1 М NaOH) добавляют в стаканчик сразу 4,00 мл титранта и измеряют рН. После этого титрант добавляют порциями по 0,10 мл (2 капли раствора) и записывают показания в табл. 12.

**Результаты потенциометрического определения
хлороводородной и уксусной кислот***

V, мл	V*, мл	pH	$\Delta pH/\Delta V$	$\Delta^2 pH/\Delta V^2$	$\Delta V/\Delta pH$
4,00		4,25			
	4,05		1,00		1,00
4,10		4,35		10,0	
	4,15		2,00		0,50
4,20		4,55			

* Данные, указанные в таблице, приведены в качестве примера.

По полученным экспериментальным данным строят кривую титрования (зависимость pH от V_{NaOH}). Рассчитывают значения $\Delta pH/\Delta V$, $\Delta^2 pH/\Delta V^2$ и строят график зависимости их от объема добавленного титранта (первую и вторую производные кривой титрования соответственно). Для обнаружения конечных точек титрования методом Грана строят график зависимости $\Delta V/\Delta pH$ от V_{NaOH} (см. рис. 8).

Расчёты. Массы хлороводородной и уксусной кислот в анализируемом растворе вычисляют по формулам:

$$m(HCl) = V_1 \cdot c_{NaOH} \cdot M_{HCl},$$

$$m(CH_3COOH) = (V_2 - V_1) \cdot c_{NaOH} \cdot M_{CH_3COOH},$$

где $M_{HCl} = 36,46$ г/моль; $M_{CH_3COOH} = 60,05$ г/моль.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИОДА МЕЖДУ АМИЛОВЫМ СПИРТом И ВОДОЙ

Жидкость-жидкостной экстракцией называется метод разделения и концентрирования веществ, основанный на их различном распределении между двумя несмешивающимися жидкими фазами, обычно между водой и органическим растворителем.

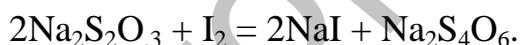
Экстракционные системы можно разделить на две группы: системы, в которых отсутствует химическое взаимодействие экстрагируемого вещества с экстрагентом (экстракция по механизму физического разделения) и системы, в которых происходит образование но-

вых химических соединений (реакционная экстракция). Экстракция иода неполярным растворителем из водной фазы является примером экстракции без образования новых химических соединений.

Жидкая фаза (органический растворитель или их смесь), в которую переходит вещество, например, из водной фазы называется экстрагентом. Если процесс экстракции сопровождается образованием новых химических соединений, то экстрагентом (экстракционным реагентом) называют вещество, при взаимодействии с которым образуется экстрагируемое соединение. Органический растворитель, в котором растворен экстрагент, при этом играет роль инертного разбавителя, улучшающего экстракционные и физические свойства органической фазы.

Одной из количественных характеристик экстракционного равновесия является коэффициент распределения (D). Коэффициент распределения – это отношение суммы равновесных концентраций всех форм существования экстрагируемого вещества в органической фазе к сумме равновесных концентраций всех его форм, находящихся в водной фазе.

Определение коэффициента распределения иода между амиловым спиртом и водой основано на результатах титриметрического определения концентрации иода в водной и органической фазах после проведения экстракции. В качестве титранта используется 0,05 М раствор тиосульфата натрия:



Оборудование, реактивы, материалы

1. Амиловый спирт.
2. Дистиллированная вода;
3. Иод кристаллический.
4. Мерные цилиндры вместимостью 25 мл и 50 мл.
5. Цилиндр с притертой пробкой.
6. Раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,05 моль/л).
7. Пипетки мерные вместимостью 2,00 мл (2 шт.).
8. Раствор крахмала 1%.
9. Бюретка вместимостью 25,0 мл.
10. Пипетка мерная вместимостью 15,0 мл;
11. Конические колбы вместимостью 100 мл (4 шт.);
12. Весы теххимические.

Методика определения

Отмеряют с помощью мерных цилиндров 50 мл дистиллированной воды и 25 мл амилового спирта и выливают их в цилиндр с при-

тертой пробкой. На теххимических весах отвешивают 0,5 г иода и высыпают его в тот же цилиндр с притертой пробкой. Цилиндр закрывают пробкой и перемешивают находящиеся в нем вещества, многократно переворачивая цилиндр вверх дном в течение 5 мин. Цилиндр оставляют в покое до полного расслоения фаз.

После расслоения жидкостей отбирают в коническую колбу из верхнего слоя сухой пипеткой 5,00 мл спиртового раствора иода (конец пипетки должен находиться выше поверхности раздела двух растворов) и добавляют к нему 5 мл дистиллированной воды. Титруют полученный раствор 0,05 М раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до соломенно-желтого цвета, после этого добавляют в колбу 1 мл 1 % раствора крахмала и продолжают титровать до полного обесцвечивания раствора. Результаты титрования заносят в табл. 13.

В другую коническую колбу отбирают из нижнего слоя сухой пипеткой 15 мл водного раствора иода. Для того чтобы при прохождении пипетки через верхний слой в нее не смог попасть спиртовой раствор, прежде чем опускать пипетку в цилиндр ее верхнее отверстие плотно закрывают указательным пальцем и открывают его лишь после того, как конец пипетки окажется на 1–2 мл ниже границы раздела растворов. Титруют полученный раствор 0,05 М раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до соломенно-желтого цвета, после этого добавляют в колбу 1 мл 1 % раствора крахмала и продолжают титровать до полного обесцвечивания раствора. Результаты титрования заносят в табл. 13.

Снова закрывают цилиндр пробкой, взбалтывают его содержимое вторично 2–3 мин, дают растворам расслоиться и повторяют отбор проб и их титрование раствором тиосульфата натрия.

Таблица 13

Определение коэффициента распределения между амиловым спиртом и водой

Фаза	V , мл	$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, мл	$c(\text{I}_2)$, моль/л
Органическая (амиловый спирт)	5,00		
	5,00		
Водная	15,0		
	15,0		

Расчеты. Молярную концентрацию иода в каждой фазе рассчитывают по уравнению:

$$c(\text{I}_2) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V}$$

Коэффициент распределения D иода между амиловым спиртом и водой равен отношению концентраций иода в органической и водной фазах:

$$D = \frac{c_{(O)}}{c_{(B)}},$$

где $c_{(O)}$ – концентрация иода в органической фазе, $c_{(B)}$ – концентрация иода в водной фазе.

Рассчитывают среднее значение D по результатам двух экспериментов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 10

ИДЕНТИФИКАЦИЯ АМИНОКИСЛОТ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

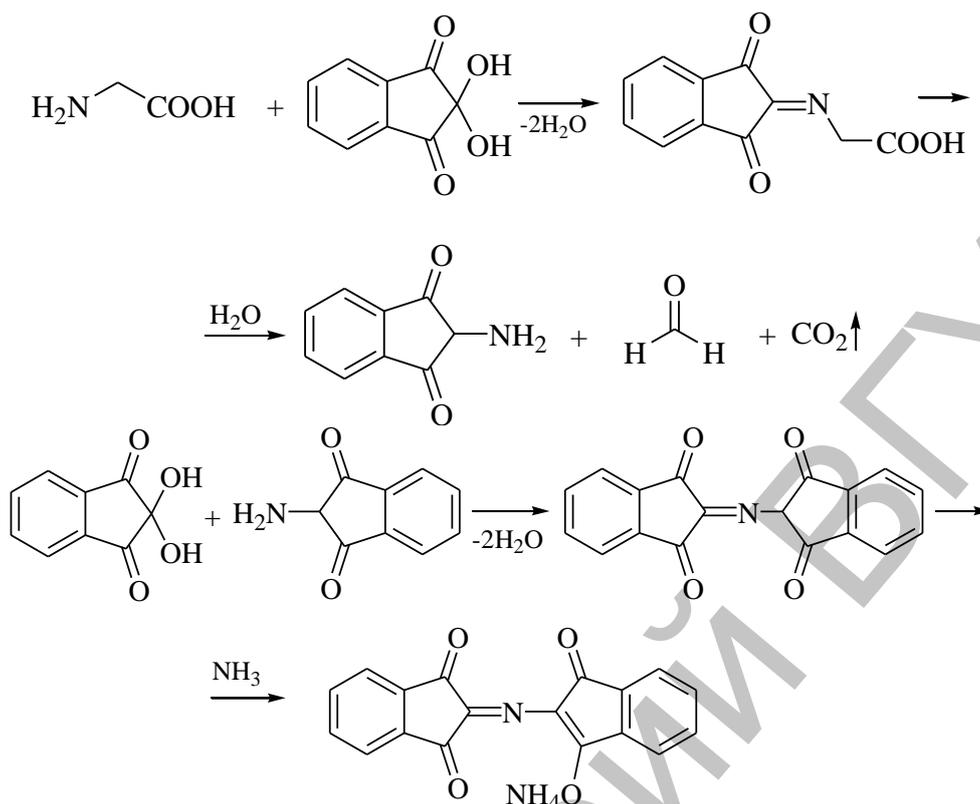
Плоскостной хроматографией называется вариант жидкостной хроматографии, в котором подвижная фаза перемещается в плоском слое сорбента. Различают два вида плоскостной хроматографии – бумажную и тонкослойную (ТСХ).

В тонкослойной хроматографии неподвижной фазой является сорбент, который нанесен в виде тонкого слоя (закрепленного или незакрепленного) на пластинку, изготовленную из стекла, алюминиевой фольги или полимера.

Методика получения плоскостных хроматограмм включает в себя следующие этапы:

- предварительный этап – подготовка сорбента и исследуемой пробы, подготовка подвижной фазы, насыщение хроматографической камеры;
- нанесение исследуемой пробы на хроматографическую пластинку или бумагу;
- хроматографирование;
- высушивание хроматограммы;
- обнаружение пятен (зон) разделённых компонентов пробы.

В лабораторной работе метод ТСХ используется для идентификации аминокислот (на примере глицина). Разделение проводится на пластинах, содержащих тонкий слой силикагеля. В качестве подвижной фазы выступает смесь пропанола-2 и воды. Для обнаружения пятен хроматограмму обрабатывают раствором нингидрина, который при взаимодействии с глицином и другими аминокислотами образует окрашенные продукты:



Оборудование, реактивы, материалы

1. Хроматографическая камера.
2. Пластины для тонкослойной хроматографии («Силуфол» или аналогичные).
3. Линейка, карандаш.
3. Капилляры.
4. Пульверизатор.
5. Электрическая плитка.
6. Песчаная баня.
7. Пинцет.
8. Ножницы.
9. Мерный цилиндр вместимостью 25 мл.
10. Мерные колбы вместимостью 25,0 мл
11. Субстанция глицина.
12. Таблетки глицина по 100 мг.
13. Растворы глицина и порошка таблеток глицина в подвижной фазе. Навеску массой 25,0 мг растворяют в смеси пропанола-2 и воды в мерной колбе вместимостью 25,0 мл и доводят этой же смесью растворителей до метки.
14. Пропанол-2.
15. Раствор нингидрина 0,2% водный (свежеприготовленный) или спиртовой.

Методика определения

Готовят подвижную фазу: смесь пропанол-2 – вода (70:30 по объему) и необходимое ее количество вносят в хроматографическую камеру.

На стартовую линию хроматографической пластинки наносят капилляром раствор глицина в подвижной фазе с концентрацией 1 мг/мл так, чтобы диаметр пятна не превышал 4–5 мм, а центр пятна находился на линии старта. Подсушивают пластинку над песчаной баней или электрической плиткой и вновь наносят анализируемый раствор на линию старта. Рядом аналогично наносят раствор таблеток глицина (рис. 11).

Пластинку с нанесенными пробами помещают вертикально в хроматографическую камеру так, чтобы она погружалась в подвижную фазу не более чем на 5 мм. После проведения хроматографирования пластинку подсушивают над песчаной баней или электрической плиткой и обрабатывают раствором нингидрина. После обработки пластинки раствором нингидрина ее снова нагревают над песчаной баней.

Рассчитывают величину R_f для проявившихся на хроматограмме пятен:

$$R_f = \frac{x}{L},$$

где x – расстояние, пройденное зоной вещества от стартовой линии до центра пятна; L – расстояние от стартовой линии до границы фронта растворителя.

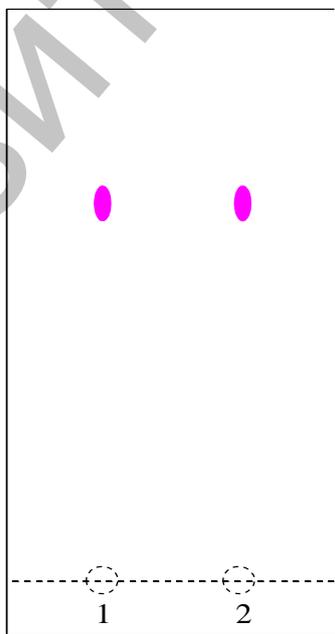


Рис. 11. Возможный вид хроматограммы, получаемой при идентификации глицина в таблетках (пунктирными линиями показаны места нанесения исходных пятен) 1 – таблетки глицина, 2 – глицин-стандарт.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 11.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛНОЙ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ КАТИОНООБМЕННИКА

В основе ионнообменной хроматографии лежит динамический процесс замещения ионов, входящих в состав ионообменника, на ионы, находящиеся в подвижной фазе.

Ионообменниками (ионитами) называют электролиты, у которых один ион является полимерным макроионом, а ионы противоположного знака могут обмениваться на ионы, находящиеся в растворе. По химическому строению ионообменник представляет собой полимер (полимерную матрицу), в составе которого имеются ионогенные функциональные группы.

В зависимости от типа ионов (катионы или анионы), участвующего в ионном обмене, различают катионообменники, анионообменники и амфотерные ионообменники. Катионообменники содержат в своей структуре ионогенные группы кислотного характера, анионообменники – основного. В состав амфотерных ионообменников входят и кислотные, и основные группы.

Каждый ионообменник содержит в своей структуре определенное число функциональных групп, способных к ионному обмену. Число таких групп в единице массы (или объема) ионообменника характеризуется величиной полной обменной емкости (ПОЕ). Практически обменную емкость выражают в виде количества ионов (в ммольях), поглощенных 1 г сухого или 1 мл набухшего ионообменника в H- или Cl-форме при определенных условиях.

Определение полной обменной емкости ионообменника можно осуществить статическим или динамическим методами. При статическом методе ионообменник, например катионит в H⁺-форме, титруют раствором щелочи. При динамическом методе ПОЕ определяется с помощью хроматографических колонок. Через колонку, заполненную с помощью ионообменной смолы, пропускают раствор электролита и регистрируют зависимость концентрации поглощаемого иона в выходящем растворе (элюате) от объема прошедшего раствора (выходная кривая).

В данной работе ПОЕ сульфокатионита в H⁺-форме определяют динамическим методом по количеству кислоты в элюате, образующейся в результате вытеснения из смолы ионов H⁺ ионами Na⁺:



Оборудование, реактивы, материалы

1. Хроматографическая колонка, заполненная 5 г смолы КУ-2.
2. рН-метр.
3. Штатив с градуированными пробирками.
4. Мерные цилиндры вместимостью 250 мл.
5. Стакан вместимостью 50 мл.
6. Бюретка вместимостью 25,0 мл.
7. Раствор HCl (3 моль/л).
8. Раствор NaCl (0,5 моль/л).
9. Раствор KOH (0,2 моль/л).
10. Раствор фенолфталеина.
11. Мерная пипетка вместимостью 10,0 мл.

Методика определения

Предварительно переводят ионогенные группы катионита в H^+ -форму, пропуская через колонку 40 см³ 3 М раствора HCl. Затем промывают катионообменник дистиллированной водой до тех пор, пока рН в вытекающем растворе не будет иметь значение 3,5–4,0. Для этого потребуется около 50 мл воды. Рекомендуется измерять рН после того, как из колонки выйдет 25–30 мл раствора. Отбирают аликвотные части приблизительно по 5 мл и измеряют рН.

Через подготовленную колонку пропускают 1,5 М NaCl. Элюат собирают порциями по 3–4 мл в градуированные пробирки. В каждой пробирке определяют точный объем пробы и измеряют рН. Процесс вытеснения ионов H^+ из катионита производят до тех пор, пока рН элюата не будет иметь значение 2,7–3,0. Полученные данные заносят в табл. 14.

Таблица 14

Экспериментальные данные по определению полной обменной емкости катионообменника

Номер пробы	Объем пробы, мл	рН пробы	Суммарный объем элюата V , мл
1			
2			
....			

Все растворы, содержащие вытесненную из смолы кислоту, объединяют, сливают в мерный цилиндр и измеряют объем $V_{\text{общ}}$.

Из полученного раствора отбирают пипеткой 10,0 мл и титрованием 0,2 М раствором KOH в присутствии фенолфталеина определяют концентрацию кислоты в объединенном растворе.

$$c = \frac{c_{\text{KOH}} \cdot V_{\text{KOH}}}{10,0}$$

где c_{KOH} – концентрация KOH в растворе (моль/л); V_{KOH} – объём раствора KOH, израсходованный при титровании.

Расчеты. Полную обменную емкость катионита рассчитывают по формуле:

$$\text{ПОЕ} = \frac{V_{\text{общ}} \cdot c}{m},$$

где $V_{\text{общ}}$ – суммарный объём раствора, содержащий вытесненную из катионообменника кислоту; c – концентрация кислоты; m – масса ионообменной смолы в колонке.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 12

СТАНДАРТИЗАЦИЯ РАСТВОРА ХЛОРИДА НАТРИЯ МЕТОДОМ ИОНООБМЕННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Сущность определения хлорида натрия с помощью ионообменной хроматографии заключается в следующем (рис. 12). Стандартизируемый раствор NaCl несколько раз медленно пропускают через слой находящегося в H^+ -форме катионита. Выделившиеся ионы H^+ , количество которых эквивалентно количеству содержавшихся в анализируемом растворе ионов Na^+ , титруют стандартным раствором NaOH.

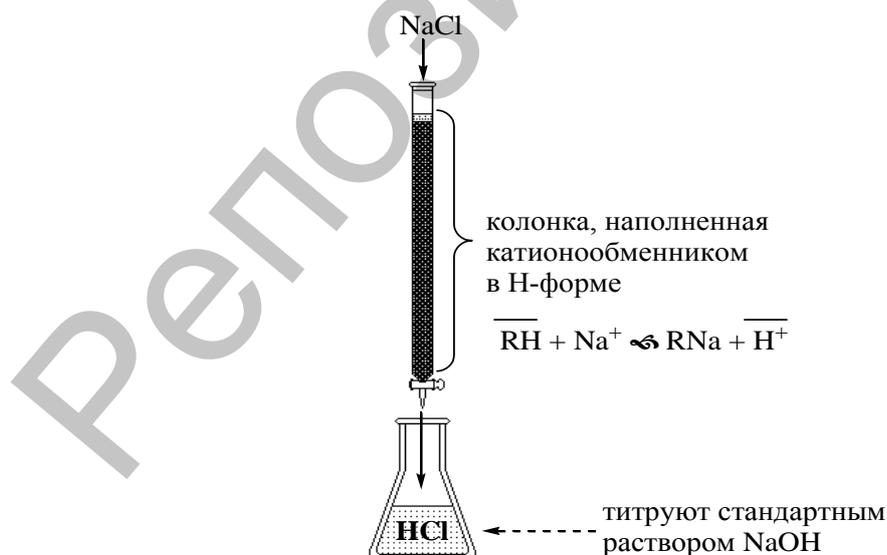


Рис. 12. Определение хлорида натрия методом ионообменной хроматографии.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Хроматографическая колонка, заполненная катионообменной смолой.
2. Мерная пипетка вместимостью 10,0 мл.
3. Бюретка вместимостью 25,0 мл.
4. Колба для титрования.
5. Раствор HCl (3%).
6. Раствор NaCl (0,1 моль/л).
7. Раствор NaOH (0,1 моль/л).
8. Раствор метилового оранжевого.
9. Универсальная индикаторная бумага.

Методика работы

Подготовка катионита к работе. Предварительно замоченный в воде катионит помещают в стеклянную колонку и промывают несколько раз 40–50 мл 3% раствора HCl, оставляя его каждый раз на некоторое время в контакте с раствором кислоты. Затем катионит промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге. После того, как катионит будет отмыт, его заливают дистиллированной водой до «зеркала». В правильно приготовленном катионите между зёрнами сорбента не должно быть «пустот».

Методика. Пробу объёмом 10,00 мл стандартизуемого раствора NaCl вносят в колонку с приготовленным катионитом в H⁺-форме, открывают кран колонки и медленно (со скоростью 20–25 капель в минуту) выпускают раствор в колбу для титрования до появления зёрен катионита над поверхностью раствора. После этого колонку промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге. Промывные воды присоединяют к раствору, находящемуся в колбе для титрования. Полученный объединённый раствор титруют 0,1 М NaOH с метиловым оранжевым. После окончания работы в колонку следует залить 3% раствор HCl.

Расчёты. Концентрацию NaCl в стандартизуемом растворе рассчитывают по формуле:

$$c_{\text{NaCl}} = \frac{c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{п}}},$$

где c_{NaOH} – концентрация NaOH в растворе (моль/л); V_{NaOH} – объём раствора NaOH, израсходованный для титрования; $V_{\text{п}} = 10,00$ мл.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т.: Пер. с англ. / под ред. Р. Кельнера [и др.]. – М.: «Мир»: ООО «Издательство АСТ», 2004. – 2 т.
2. Кристиан, Г. Аналитическая химия: в 2 т. / Г. Кристиан. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 2 т.
3. Основы аналитической химии. В 2 кн. учеб. для вузов / Ю.А. Золотов [и др.]; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2004. – 2 т.
4. Основы аналитической химии. Практическое руководство / В.И. Фадеева [и др.]; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2001. – 463 с.
5. Отто, М. Современные методы аналитической химии (в 2-х томах) / М. Отто. – М.: Техносфера, 2003. – 2 т.
6. Булатов, М.И. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа / М.И. Булатов, И.П. Калинин. 5-е изд. – Л.: Химия, 1986. – 432 с.
7. Васильев, В.П. Аналитическая химия: учеб. для студ. вузов, обуч. по хим.-технол. спец.: в 2 кн. / В.П. Васильев. – 5-е изд., стер. – М.: Дрофа. – 2005. – 2 кн.
8. Иоффе, Б.В. Рефрактометрические методы химии / Б.В. Иоффе. – 3-е изд. – Л.: Химия, 1983. – 350 с.

Учебное издание

ЖЕРНОСЕК Александр Константинович
БОРИСЕВИЧ Ирина Станиславовна

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Методические указания к выполнению лабораторных работ

Печатается в авторской редакции

Технический редактор

Г.В. Разбоева

Компьютерный дизайн

Е.В. Малнач

Подписано в печать

. Формат 60x84¹/₁₆. Бумага офсетная.

Усл. печ. л. 2,55. Уч.-изд. л. 2,14. Тираж

экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение – учреждение образования

«Витебский государственный университет им. П.М. Машерова».

ЛИ № 02330 / 0494385 от 16.03.2009.

Отпечатано на ризографе учреждение образования

«Витебский государственный университет им. П.М. Машерова».

210038, Витебск, Московский проспект, 33.