

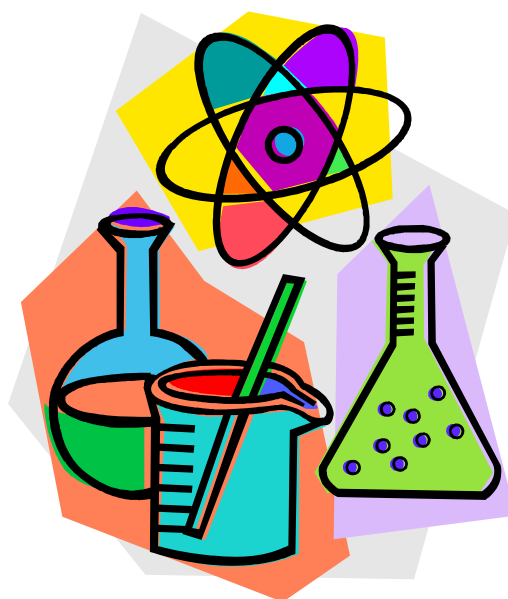
Полтавський державний педагогічний університет
імені В.Г. Короленка

кафедра хімії та методики викладання хімії

Пустовіт С.В.

Методичні вказівки

ФІЗИЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ



Полтава – 2006

Вступ

Свідомо і якісно лабораторний практикум з курсу „Фізичні методи досліджень” може виконуватись тільки при ретельній підготовці до нього у процесі самостійної позааудиторної роботи студентів. У зв'язку з цим перед кожною лабораторно-практичною роботою наводяться теоретичні і практичні завдання, які допоможуть студентам систематизувати свою підготовку до заняття, потім свідомо виконати досліди, одержати результат і зробити висновки. Таким чином, ідучи на лабораторно-практичне заняття, студент повинен вивчити відповідний теоретичний матеріал, використовуючи підручники і конспект лекцій, переписати у лабораторний журнал досліди, продумати і проаналізувати методику їх виконання, записати до них необхідні рівняння реакцій. Спостереження і висновки записуються після кожного досліду відразу після його проведення.

Контроль за самостійною підготовкою студентів до лабораторно-практичних робіт і допуск до їх виконання здійснюється на початку заняття у процесі усного опитування, тестування, поточних контрольних робіт.

Якщо у студентів виникають труднощі при самопідготовці, то вони можуть прийти до викладача на консультацію.

Перед початком лабораторного практикуму студенти повинні вивчити діючу інструкцію з техніки безпеки при роботі в даній лабораторії, розписатися у спеціальному журналі і суворо її дотримуватися.

Наприкінці кожного лабораторно-практичного заняття викладач підписує лабораторні журнали студентів і підводить загальний підсумок.

Лабораторна робота № 1.

Тема: Перевірка підкорення розчинів закону Бугера-Ламберта-Бера.

Прилади: Фотоелектроколориметр.

Реактиви і посуд:

1. Стандартний розчин солі міді. Наважку в 1,9635 г сульфату міді ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) розчиняють в дистильованій воді, додають 5 мл концентрованої сірчаної кислоти і розбавляють до 1 л.
2. Аміак розбавлений (1:1) водний розчин.
3. Мірні колби на 1 л та 50 мл.
4. Градуйовані піпетки на 10 мл.
5. Мірні циліндри на 25 мл.

Хід проведення

Перевірка закону Бугера-Ламберта. В мірну колбу ємкістю 50 мл наливають 5,0 мл розчину сульфату міді, нейтралізують аміаком додаючи його по каплям до появи слабкої муті (осад основного сульфату міді), після чого додають 15 мл розчину аміаку і розбавляють дистильованою водою до мітки. Одночасно готують таку ж кількість розчину для порівняння, для чого в мірну колбу на 50 мл вводять 15 мл розчину аміаку і розбавляють водою до мітки. Вимірюють оптичну густину розчину аміакату міді по черзі в кюветах з товщиною пропускового шару: 1, 2, 3 та 5 см. За одержаними даними будують графік залежності оптичної густини (D) від товщини поглинаючого шару (b).

Перевірка закону Бера. В ряд мірних колб ємністю 50 мл наливають 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл стандартного розчину сульфату міді. Розчини в кожній колбі нейтралізують аміаком до появи слабкої муті додають по 15 мл розчину аміаку, доводять вміст колби до мітки і ретельно перемішують. Вимірюють оптичну густину одержаних розчинів в кюветі з товщиною пропускового шару 3 см. За результатами змін показників екстинкції будують калібровочний графік залежності оптичної густини від концентрації сульфату міді.

Лабораторна робота № 2.

Тема: Визначення марганцю і хрому в розчинах при їх сумісній присутності.

Прилади: Спектрофотометр (СФ-46).

Реактиви і посуд:

1. KMnO_4 0,05 Н розчин.
2. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05 Н розчин.
3. Азотна кислота (1: 3).
4. Мірні колби на 50 мл.
5. Градуйовані піпетки на 5,0 мл.

Хід проведення

В дві мірні колби ємністю по 50 мл наливають – в одну 5,0 мл розчину перманганату калію, в другу – 5,0 мл біхромату калію. В обидві колби доливають по 10 мл розчину азотної кислоти і водою доводять до мітки. Розчини наливають в кювети з товщиною пропускового шару 3,0 см і вимірюють світлопоглинання при різних довжинах хвиль і при різних світлофільтрах. В якості контрольного розчину використовують дистильовану воду. Спектральні характеристики розчинів виражають у побудові кривих світлопоглинання (довжина хвилі – екстинкція). За графіками знаходять максимуми світлопоглинання обох речовин.

Потім перевіряють точність визначення марганцю і хрому при їх сумісній присутності. Для цього готують суміш розчинів :

1. 2,0 мл перманганату калію і 5,0 мл біхромату калію;
2. 5,0 мл перманганату калію і 2,0 мл біхромату калію.

Вимірюють оптичну густину при відповідних довжинах хвиль (знаходять по графіках максимуму світлопоглинання).

Лабораторна робота № 3.

Тема: Визначення молекулярної рефракції розчиненої речовини.

Прилади: Рефрактометр (ІРФ-22).

Реактиви і посуд:

1. Досліджувана речовина.
2. Розчинник.
3. Пікнометри.
4. Ареометри.
5. Градуйовані піпетки.

Хід визначення.

Готують розчин досліджуваної речовини. Визначають його густину і показник заломлення. Такі ж дослідження проводять і для розчинника при тій же температурі. Знайдені значення використовують для розрахунку молекулярної рефракції.

Лабораторна робота № 4.

Тема: Поляриметричне визначення вмісту оптично активної речовини (глюкози) в розчині за калібровочним графіком.

Прилади: Поляриметр.

Реактиви і посуд:

1. Глюкоза (кристалічна).
2. Розчинник.
3. Мірні колби на 50 та стакани на 50 мл.
4. Градуйовані піпетки.

Хід визначення.

В невеликих стаканчиках на аналітичних терезах зважують 2, 4, 6, 8, 10 г глюкози. Додають небагато води і кількісно переносять у мірні колби на 50 мл. Доводять до мітки дистильованою водою ретельно перемішують.

Добре промиту трубчатую кювету поляриметра споліскують невеликою кількістю розчину глюкози із мірної колби і потім заповнюють ним кювету. Визначають кут повороту площини поляризації світла. За виміряними кутами будують калібровочний графік.

Потім одержують контрольний розчин глюкози невідомої концентрації, проводять дослідження, і за графіком визначають його концентрацію.

Лабораторна робота № 5.

Тема: Відкриття олова в сульфідних породах і сплавах.

Прилади: Ультрафіолетова лампа.

Реактиви і посуд:

1. Сульфід олова.
2. Сульфід натрію.
3. Йодид калію 0,1 Н розчин.
4. Суміш кислот : 3 частини соляної кислоти (густ. 1,19) і 1 частина азотної кислоти (густ. 1,40).
5. Фільтрувальний папір.
6. Капіляри.
7. Фарфорові тиглі.

Хід визначення.

Крупинку сульфідної породи або сплаву, що містить олово, поміщають в тигель і додають 0,5 мл суміші кислот. Після проведення реакції досліджуваний розчин переносять на фільтрувальний папір. Діаметр вологого п'ятна = 3 мм. В центр каплі вносять капіляр з 0,1 Н розчином йодиду калію, наливають так, щоб останній повністю покрив досліджувану речовину. Підсушують і дивляться в ультрафіолетовому промінні. При наявності олова спостерігається яскраво-жовте світіння. Для порівняння проводять дослід з речовиною яка не містить олова.

Лабораторна робота № 6 (Додаткова)

Тема: Потенціометричне титрування фосфорної кислоти.

Прилади: рН- метр.

Реактиви і посуд:

1. Фосфорна кислота, 0,2 М розчин.
2. Гідроксид натрію, 0,4 Н розчин.
3. Скляні палички.
4. Бюретка.

Хід визначення.

10 мл фосфорної кислоти піпеткою переносять в стакан на 250 мл, занурюють туди електродну пару, додають дистильованої води до тих пір поки електроди не зануряться на 1 см і приступають до титрування. Після додавання кожної порції гідроксиду натрію ретельно перемішують досліджувану суміш і записують показники рН-метра та об'єм гідроксиду натрію.

В області невеликих змін рН додають по 0,5 мл гідроксиду натрію, а в еквівалентних точках по 0,05 мл. Титрування продовжують до рН=11.

За одержаними даними будують графік залежності об'єму гідроксиду натрію від рН і диференціальну криву в координатах $\Delta\text{pH} / \Delta V - V$ мл NaOH.

За побудованими графіками знаходять еквівалентні точки і значення рН середовища в них.

Лабораторна робота № 7. (Додаткова)

Тема: Якісний аналіз амінокислот методом паперової хроматографії.

Прилади: Хроматографічна камера.

Реактиви і посуд:

1. Розчинник: бутиловий спирт, оцтова кислота, дистильована вода (4 : 1 : 5). Після ретельного збовтування дають розслоїтися і для аналізу використовують верхній шар).
2. Проявник (розчин нінгідрину в 0,25 % бутиловому спирті).
3. Досліджуваній розчин амінокислот (0,01 моль/л).
4. Хроматографічний папір.

Хід визначення.

На папері проводять стартову лінію приблизно 0,5 см від краю, наносять 0,5 мл досліджуваної суміші амінокислот (Обережно! Кожну наступну каплю наносять після повного всмоктування попередньої, просушують). Папір вносять в хроматографічну колонку і проводять хроматографію (розчинник повинен дійти до кінця паперу (проподять вертикальну хроматографію)). По закінченню хроматографічний папір виймають, просушують і обробляють проявником.

ЛІТЕРАТУРА

Основна:

1. О. Гаркович, Г. Джурка. Основи фізико-хімічних методів аналізу. Полтава: ПДПУ ім. В.Г. Короленка, 2001. – 120с. з мал.
2. В.Б. Анесковський, В.В. Бардин и др. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство: Учеб. Пособие для вузов. – Л.: Химия, 1988. – 376с.
3. М.И. Булатов, И.П. Калинин. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. – Л.: Химия, 1988. – 432с.
4. В.Ф. Барковский, Т.Б. Городенцева, Н.Б. Торопова. Основы физико-химических методов анализа. – М.: Высшая школа, 1983. – 244с.
5. Р.С. Драго. Физические методы анализа в химии. – М.:Наука, 1981, т.1,2.

Додаткова:

1. Р. Кельнер Аналитическая химия. Проблемы и подходы т.2. –М. Мир, 2004, –726 с.
2. А.К. Бабко, А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий, О.П. Рябушко. Физико-химические методы анализа. – М.: Высшая школа, 1968.
3. Ю.С. Ляликов. Физико-химические методы анализа. – М.: Госхимиздат, 1960.

4. “Физико-химические методы анализа”. Под ред. В.Б. Алексеевского и К.Б. Яцимирского. – М.: Химия, 1964.
5. П.Н. Коваленко, К.Н. Богдасаров. Физико-химические методы анализа. – Изд-во Рост. ун-та, 1962.
6. В.Ф. Барковский, С.М. Горелик, Т.Б. Городенцева. Практикум по физико-химическим методам анализа. – М.: Высшая школа, 1963.
7. Г.В. Юинг. Инструментальные методы химического анализа. – М.: Госхимиздат, 1960.
8. Г. Шарло. Методы аналитической химии. – М.-Л.: Химия, 1965.
9. А.Я. Шаталов, И.К. Маршаков. Практикум по физической химии. – М.: Высшая школа, 1968.
10. Люминесцентный анализ. Под ред. М.А. Константиновой-Шлезингер. – М.: Физматгиз, 1961.
11. Е.А. Божевольнов. Люминесцентный анализ неорганических веществ. – М.: Химия, 1966.
12. К.П. Столяров, Н.Н. Григорьев. Введение в люминесцентный анализ неорганических веществ. – Л.: Химия, 1967.
13. Д.П. Щербов. Флуориметрия в химическом анализе минерального сырья. – М.: Недра, 1965.
14. В.В. Айвазов. Практическое руководство по хроматографии. – М.: Высшая школа, 1968.
15. К.В. Чмутов. Хроматография. – М.: Изд-во АН СССР, 1962.
16. К.А. Гольберг, М.С. Вигдергауз. Курс газовой хроматографии. – М.: Химия, 1967.
17. К.М. Салдадзе, А.Б. Пашков, В.В. Титов. Ионообменные высокомолекулярные соединения. – М.: Госхимиздат, 1960.
18. Д.И. Рябчиков, И.К. Цитович. Ионообменные смолы и их применение. – М.: Изд-во АН СССР, 1962.
19. Ф.М. Шемякин, В.В. Степин. Ионообменный хроматографический анализ металлов. – М.: Metallургия, 1965.
20. О. Самуэльсон. Ионообменные разделения в аналитической химии. – М.-Л.: Химия, 1966.
21. В.В. Степин, В.И. Поносов, Е. В. Новикова. Определение микропримесей в металлическом хrome с применением ионообменной хроматографии. – М.: ВНИИСО, 1965.
22. В.В. Степин, В.И. Поносов. Некоторые вопросы теории разделения элементов на ионитах. – М.: ВНИИСО, 1967.
23. А.К. Бабко, А.Т. Пилипенко. Фотометрический анализ. – М.: Химия, 1968.
24. В.М. Пешкова, М.И. Горомова. Практическое руководство по спектрометрии и колориметрии. – М.: Изд-во МГУ, 1968.
25. В.Ф. Барковский, В.И. Ганопольский. Дифференциальный спектрофотометрический анализ. – М.: Химия, 1969. Т.А. Крюкова, С.И. Синякова, Т.В. Арефьева. Полярог-рафический анализ. – М.: Госхимиздат, 1959.