

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

Э.Р. Эстрин

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ХИМИИ
ДЛЯ СТУДЕНТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УРМС

Часть 1.
Общая химия

Учебно-методическое пособие для студентов нехимических специальностей

Санкт-Петербург
РГГМУ
2020

УДК [542:004.9](076.5)
ББК 24.1я73
Э87

Рецензент: Злотников Э.Г., канд. хим. наук, доцент кафедры химии Российского государственного педагогического университета им. А.И. Герцена

Э87 Эстрин Э.Р.

Лабораторный практикум по химии для студентов с использованием УРМС. Часть 1. Общая химия. Учебно-методическое пособие для студентов нехимических специальностей. – СПб.: РГГМУ, 2020. – 52 с.

В первой части учебно-методического пособия предложен лабораторный практикум по общей химии для студентов высших учебных заведений по нехимическим специальностям с использованием цифрового универсального рабочего места студента (УРМС), в частности по направлению подготовки 05.03.06 «Экология и природопользование», профиль подготовки «Экологические проблемы больших городов, промышленных зон и полярных областей».

УДК [542:004.9](076.5)
ББК 24.1я73

© Эстрин Э.Р., 2020
© Российский государственный гидрометеорологический университет (РГГМУ), 2020

Введение

Одной из актуальных проблем естественно-научного образования является необходимость качественного улучшения профессиональной химической знаний, в том числе знаний и умений по выполнению химического эксперимента. Исследовательский химический эксперимент прикладной направленности имеет большое значение для понимания законов природы и решения проблем природопользования.

Основным элементом рабочего пространства является универсальное рабочее место студента (УРМС), с использованием которого решаются задачи, возникающие в процессе обучения (в том числе в условиях дистанционного). Основу автоматизированного рабочего пространства студента составляют распределенное хранилище данных, ПЭВМ с набором офисного программного обеспечения и набор специализированного программного обеспечения по их обработке в рамках конкретных дисциплин, включающий средства непрерывного обучения, а также доступа к информационно-вычислительной сети (ИВС) вуза и Интернету.

Основу автоматизированного рабочего пространства студента в ходе выполнения химического эксперимента для выполнения лабораторного практикума по химии к УРМС должны быть добавлены объект исследования, химические реактивы, цифровое оборудование для выполнения работ по всем темам лабораторного практикума, а также набор методических средств обучения работе на УРМС, которые обеспечивают обучение студента работе с сервисами в режиме реального времени при выполнении конкретной задачи. Каждое УРМС студента рассчитано на двух (максимум трех) студентов. На УРМС можно выполнять большинство количественных работ по программе общей или аналитической гидрохимии.

Лабораторный практикум – это потенциально наиболее значимый и результативный компонент естественно-научной, общей профессиональной и специальной подготовки в области техники и технологий, предназначенный для приобретения навыков работы на реальном оборудовании в условиях дистанционного обучения с аналогами которого будущему специалисту, возможно, придется иметь дело в своей практической деятельности.

Лабораторный практикум по химии проводится в специализированных учебных химических лабораториях. Эффективность

данного вида занятий во многом определяется возможностями самих учебных химических лабораторий:

- в оснащении лабораторий современным оборудованием;
- в выборе номенклатуры объектов экспериментального изучения и содержания лабораторных работ по химии;
- в реализации эффективных технологий выполнения работ по химическому эксперименту.

На лабораторный практикум по химии в том числе в условиях дистанционного обучения возлагаются следующие образовательные задачи:

1) закрепление полученных теоретических знаний на практике; понимание физических и химических процессов через их проявление в реальном техническом устройстве;

2) приобретение навыков самостоятельной работы с реальным оборудованием;

3) планирование и постановка химического эксперимента;

4) выбор оборудования для проведения химического эксперимента;

5) обработка и объяснение результатов химического эксперимента;

6) сопоставление результатов теоретического анализа с экспериментальными данными.

В состав УРМС наряду с обычным набором лабораторного оборудования, входят комплект цифровых датчиков, электродов и электронные приборы, которые напрямую подключаются к компьютеру, специальное программное обеспечение. С помощью программного обеспечения осуществляется первичный сбор данных, их визуализация, хранение и первичная обработка. При этом выполняются следующие протоколы взаимодействия между различными субъектами (студент–студент, студент–преподаватель).

Подобная организация лабораторного практикума по химии избавляет студента от рутинных процедур записи результатов измерений и ручного их обсчета, а также позволяет визуализировать результаты эксперимента в реальном времени.

1. Стандартное цифровое оборудование рабочего места в составе УРМС

Стандартное универсальное рабочее место студента по химии включает в себя оборудование рабочих мест и предназначено для выполнения работ почти по всем темам лабораторного практикума по общей химии: «Перегонка», «Тепловые эффекты», «Стехиометрия», «Кинетика», «Электрохимия», «рН-метрия», «Колориметрия», «Ионометрия», «Кондуктометрия».

Входящие в состав оборудования цифровые датчики по каждому разделу лабораторного практикума интегрируют данные установки с компьютером. Это обеспечивает больше возможностей для визуализации процесса объяснения нового материала преподавателем, групповой и самостоятельной работы студентов, контроля по усвоению знаний. Благодаря использованию интерактивных устройств достигается высокая скорость обработки данных, что повышает производительность работы, позволяет использовать учебное время более продуктивно.

Измерительный блок и программа, обрабатывающая поступающие от датчиков сигналы, позволяют получать значения параметров, выводить их на экран компьютера и сохранять в памяти компьютера в текстовом формате. Данные в таком формате могут быть без труда переданы для дальнейшей обработки в программы электронных таблиц. К измерительному блоку можно подключать два датчика, что дает возможность одновременно измерять два параметра. Существует возможность ввода значений измеряемых параметров в непрерывном режиме и в определенный момент времени. Также существует возможность ввода значения части параметров вручную. Программное обеспечение представляет собой набор сценариев работы с датчиками и представления результатов, настроенных в соответствии с задачами экспериментов. Выбор необходимого сценария осуществляется с помощью системы меню.

В комплект УРМС должны входить:

- ноутбук;
- датчик объема газа с контролем температуры цифровой;
- датчик оптической плотности 400 нм цифровой;
- датчик оптической плотности 475 нм цифровой;
- датчик оптической плотности 525 нм цифровой;
- датчик оптической плотности 590 нм цифровой;

- датчик рН цифровой;
- датчик температуры термопарный (0 ... 1000 °С) цифровой;
- датчик температуры (-40 ... +1800 °С) цифровой;
- датчик электропроводности цифровой;
- датчик объема жидкого реагента цифровой;
- ионоселективный электрод на кальций;
- ионоселективный электрод на медь;
- ионоселективный электрод на свинец;
- ионоселективный электрод на фтор;
- датчик электрохимического потенциала цифровой;
- датчик-переходник для подключения электродов цифровой;
- переходник-разветвитель;
- редокс электрод;
- электрод стеклянный рН;
- электрод сравнения хлорсеребряный;
- весы электронные с USB-кабелем;
- термостатирующее устройство;
- линейка светодиодов;
- штатив;
- горелка газовая Бунзена;
- магнитная мешалка;
- штатив для электродов;
- набор химической посуды и вспомогательное оборудование.

Программное обеспечение содержит само программное обеспечение и драйвера для обеспечения работоспособности цифровых датчиков и позволяет работать под управлением операционной системы Windows. Программное обеспечение построено по многодокументному интерфейсу, каждое из окон которого соответствует подключенному датчику и автоматически обнаруживает факт подключения и отключения датчиков, их тип, пределы измеряемых величин; позволяет настраивать параметры каждого датчика в отдельности; поддерживает многоканальные датчики.

Программное обеспечение поддерживает несколько режимов регистрации данных:

- зависимость от времени;
- ввод данных по нажатию;
- ввод данных с переменным шагом;
- ввод абсциссы вручную;
- зависимость одного от другого;
- зависимость одного от другого (по нажатию).

Окно регистрации имеет следующий цифровой инструментарий:

- управление параметрами датчиков;
- изменение пределов измерений;
- инструментарий по изменению масштаба и прокрутки данных, зарегистрированных датчиком;
- экспорт таблицы (или ее фрагмента по усмотрению пользователя) со всеми
 - данными, зарегистрированными датчиком, во внешний файл для дальнейшей обработки во внешнем редакторе таблиц;
 - экспорт текущего отображаемого фрагмента в графический файл для обработки вручную;
 - изменение и переключение калибровочных таблиц, используемых датчиком (если такая возможность поддерживается в датчике);
 - позволяет выводить как калиброванный сигнал, так и сигнал в виде единиц аналогово-цифрового преобразователя;
 - инструментарий маркеров для изучения отдельных точек и интервалов на графике, зарегистрированных данных;
 - при наличии нескольких подключенных датчиков установка маркера в одном окне приводит к синхронной установке маркеров во всех остальных окнах регистрации данных.

В процессе регистрации данных существует возможность удалить последнюю зарегистрированную точку. После остановки регистрации данных и анализа полученных данных существует возможность продолжить ранее начатую регистрацию. Окно регистрации сигнала веб-камеры позволяет регистрировать статичное изображение с нее и видеофайл с регулируемой частотой регистрации кадров. Окно обработки статичного кадра с веб-камеры содержит инструментарий для измерения координат объектов на статичном кадре в выбираемой прямоугольной системе координат (установка начала системы координат, поворот осей и задание длины масштабного отрезка), расстояний между объектами в кадре, углов между направлениями в кадре и радиусов окружностей, зафиксированных в кадре, и формирования таблиц данных на основе такой обработки. Окно обработки видеофрагмента содержит инструментарий, позволяющий получать зависимость изменения параметров объектов, регистрируемых в каждом кадре (координата, расстояние между точками, угол между направлениями), от времени, обеспечивающий просмотр, паузу, остановку просмотра с возвратом на первый кадр, выбор шага (числа пропускаемых кадров) при покадровом просмотре.

2. Общая характеристика рабочих мест студентов

Рабочее место студента «Перегонка»

Предназначено для выполнения работ по теме «Разделение смесей и очистка веществ».

Лабораторные приборы позволяют изучать факторы, влияющие на качество перегонки жидкостей; определять состав смесей жидкостей по ее кривые перегонки; определять концентрацию растворов веществ по их электропроводности.

Выполняемые эксперименты:

- получение кривой перегонки смеси жидкостей;
- определение состава смесей жидкостей по ее кривые перегонки;
- факторы, влияющие на качество перегонки.

Рабочее место студента «Стехиометрия»

Предназначено для выполнения работ по темам «Разделение смесей и очистка веществ», «Стехиометрия», «Закон сохранения массы», «Растворы и кристаллогидраты». Позволяет изучать процессы очистки веществ и выявлять причины их потерь при очистке; определять молярную массу газов; исследовать закон сохранения массы;

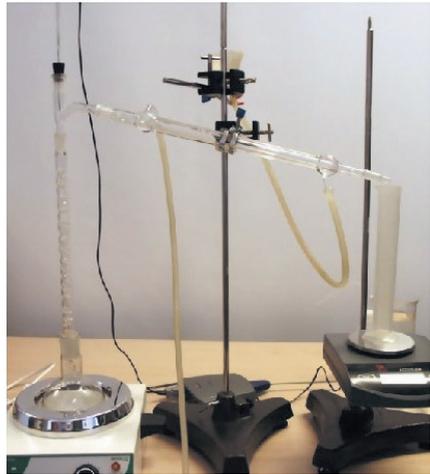


Рис. 1. «Перегонка»



Рис. 2. «Стехиометрия»

определять стехиометрию взаимодействия веществ; определять выход некоторых реакций; определять содержание некоторых веществ в смесях; готовить растворы определенной концентрации.

Выполняемые эксперименты:

- приготовление раствора заданной молярной концентрации;
- определение содержания воды в кристаллогидрате;
- определение содержания карбоната кальция в его смеси с песком;
- определение выхода реакции превращения гидрокарбоната в карбонат;
- определение содержания гидрокарбоната натрия в смеси;
- определение плотности газа.

Рабочее место студента «Кинетика-1» (газовая)

Установка «Кинетика-1. Газы» предназначена для работы с газовыми веществами. С ее помощью можно выполнить работы по темам «Стехиометрия», «Газы», «Скорость химических реакций». Позволяет определять эквивалент металла; следить за изменением объема газа, в том числе в химических реакциях, в зависимости от разных условий.

Выполняемые эксперименты:

- определение эквивалентной массы металла;
- определение концентрации пероксида водорода в растворе;
- определение плотности газа;
- исследование гомогенного катализа разложения пероксида водорода.



Рис. 3. Установка «Кинетика-1. Газы»

Рабочее место студента «рН-метрия»

Установка предназначена для выполнения работ по темам «Кислоты и основания», «Гидролиз», «Химическое равновесие». Позволяет: определять рН растворов различных веществ; получать

зависимость рН от концентрации растворов; записывать кривые рН-метрического титрования растворов. Обработка полученных зависимостей позволяет определять концентрацию кислот и оснований в растворах; определять буферную емкость растворов; рассчитывать константы кислотности и основности. При исследовании зависимости оптической плотности растворов от рН возможно определение рН перехода индикаторов и подбор оптимальных индикаторов для тех или иных объектов титрования.

Выполняемые эксперименты:

– определение рН различных растворов;

– зависимость рН, $[H_3O^+]$ и $[OH^-]$ от концентрации кислоты или основания;

– определение константы кислотности слабой кислоты или константы основности слабого основания на основании зависимости рН от концентрации;

– приготовление буферных растворов с заранее заданным рН;

– исследование влияния разбавления на величину рН;

– исследование зависимости рН буферного раствора от соотношения кислота / основание и определение константы кислотности;

– исследование зависимости рН буферного раствора от соотношения кислота / основание и определение константы кислотности с использованием весов;

– определение концентрации кислоты методом рН-метрического титрования;

– определение концентрации кислоты методом рН-метрического титрования с дополнительным контролем по индикатору;

– определение концентрации слабой кислоты и ее константы кислотности методом рН-метрического титрования;

– определение буферной емкости природной воды по отношению к кислотам и концентрации гидрокарбонатов в ней;

– установление природы и концентрации кислот в соках и газированных напитках методом рН-метрического титрования;

– исследование кислотно-основных свойств напитков и красителей в них;



Рис. 4. Установка «рН-метрия»

- подбор оптимального индикатора для титриметрического определения гидрокарбонат-ионов в природной или водопроводной воде;
- определение константы устойчивости $\text{Cu}(\text{OH})_2$.

Рабочее место студента «Кондуктометрия»

Предназначено для выполнения работ по темам «Разделение смесей и очистка веществ», «Концентрация растворов», «Электролитическая диссоциация».

Позволяет: определять эквивалентную электропроводность различных электролитов; исследовать зависимость электропроводности от концентрации; получать кривые кондуктометрического титрования; задавать температуру раствора и измерять электропроводность при определенной температуре или в зависимости от температуры, одновременно измерять электропроводность и оптическую плотность, что позволяет всесторонне исследовать процессы образования нерастворимых солей.

Выполняемые эксперименты:

- изучение полноты промывания осадка и подбор оптимальных условий промывания;
- определение концентрации веществ кондуктометрическим методом с использованием нескольких стандартных растворов;
- определение концентрации веществ кондуктометрическим методом с использованием одного стандартного раствора;
- определение температуры плавления кристаллогидратов и изучение пересыщенных растворов;
- определение плотности жидкости;
- определение концентрации хлорид-ионов методом кондуктометрического титрования;
- определение концентрации кислоты методом кондуктометрического титрования;



Рис. 5. «Кондуктометрия»

- определение концентрации кислоты методом кондуктометрического титрования с дополнительным контролем по индикатору;
- определение концентрации гидрокарбонат-ионов методом кондуктометрического титрования;
- получение изотермы адсорбции органической кислоты на активированном угле;
- определение эквивалентной электропроводности сильных электролитов;
- определение эквивалентной электропроводности слабых электролитов;
- определение эквивалентной электропроводности, константы диссоциации и степени диссоциации электролитов средней силы на основании кондуктометрических данных.

Рабочее место студента «Тепловые эффекты»

Предназначена для выполнения работ по темам «Тепловой эффект химических реакций» и «Растворы». Позволяет: измерять температуру растворов (в том числе агрессивных) в зависимости от различных условий (массы или объема добавленного в раствор вещества); определять тепловой эффект процессов растворения и химических реакций, проводить калориметрическое титрование; измерять высокие температуры газов, жидкостей и сыпучих тел, что позволяет записывать кривые плавления / кристаллизации веществ и исследовать распределение температуры по пламени.

Выполняемые эксперименты:

- определение теплового эффекта растворения;
- определение теплового эффекта химических реакций;
- определение концентрации кислоты методом калориметрического титрования;
- исследование распределения температуры по разным областям пламени;
- получение кривой плавления вещества.



Рис. 6. «Тепловые эффекты»

Рабочее место студента «Кинетика-2. Растворы»

Предназначено для выполнения работ по темам «Растворы», «Скорость химических реакций». Позволяет: исследовать зависимость оптической плотности растворов от различных факторов, в том числе от концентрации реагента, времени и температуры; получать кинетические кривые и исследовать влияние температуры на них. После обработки полученных зависимостей можно определять константы скорости и порядок различных реакций, определять их эффективную энергию активации или коэффициент Вант-Гоффа.



Рис. 7. «Кинетика-2. Растворы»

Выполняемые эксперименты:

- определение скорости гомогенной реакции окисления иодид-иона;
- кинетическое уравнение и кинетическая кривая реакции окисления иодид-иона;
- определение коэффициента Вант-Гоффа в реакции окисления иодид-иона персульфатом;
- определение эффективной энергии активации реакции окисления иодид-иона;
- исследование колебательной реакции.

Рабочее место студента «Колориметрия»

Предназначено для выполнения работ по темам «Растворы и их концентрация», «Комплексообразование», «Адсорбция». Позволяет: оценивать длину волны максимального поглощения; исследовать зависимость оптической плотности от концентрации раствора; получать изотерму адсорбции красителей на различных сорбентах. После обработки полученных зависимостей можно определять концентрацию вещества,



Рис. 8. «Колориметрия»

константы устойчивости и состав комплекса, параметры изотермы адсорбции.

Выполняемые эксперименты:

- определение концентрации веществ колориметрическим методом с использованием нескольких стандартных растворов;
- определение концентрации веществ колориметрическим методом с использованием одного стандартного раствора;
- определение рН перехода различных индикаторов.

Рабочее место студента «Ионометрия»

Предназначено для выполнения работ по темам «Электролитическая диссоциация», «Химическое равновесие», «Гидролиз», «Комплексные соединения», «Жесткость воды». Позволяет: определять концентрацию ионов с использованием ионоселективных электродов; изучать зависимость активностей ионов от объема добавленного реагента; одновременно с изменением активности иона следить за изменением рН и оптической плотности раствора; получать кривые комплексонометрического титрования (в том числе с параллельным контролем рН и оптической плотности). Обработка полученных зависимостей позволяет определять концентрацию ионов металлов, произведение растворимости некоторых солей, константы устойчивости комплексов и константы гидролиза ионов металлов; подбирать условия (рН и индикаторы) для комплексонометрического титрования и оптимальные умягчители воды.

Выполняемые эксперименты:

- определение плотности жидкости;

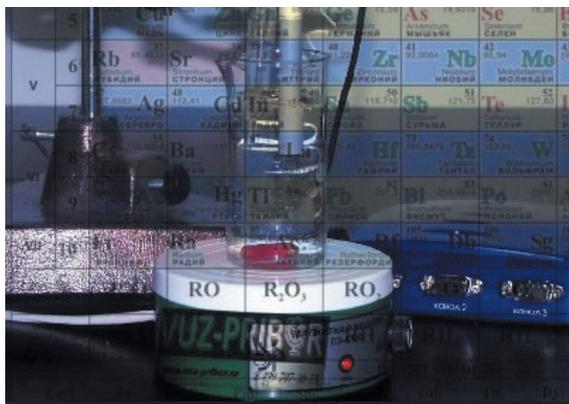


Рис. 9. «Ионометрия»

- прямое потенциометрическое определение показателя активности и концентрации ионов при помощи ионоселективных электродов;
- прямое потенциометрическое определение показателя активности и концентрации ионов с построением градуировочного графика по одному раствору;
- определение концентрации ионов методом добавок с использованием ионоселективных электродов;
- определение произведения растворимости CaF_2 ;
- определение произведения растворимости PbF_2 ;
- определение произведения растворимости солей кальция, свинца и меди;
- изучение образования осадков малорастворимых солей;
- определение концентрации металла методом комплексонометрического титрования;
- подбор индикаторов для определения ионов металлов титрованием;
- определение констант устойчивости хлоридных комплексов свинца и меди;
- определение жесткости и кальция в воде методом комплексонометрического титрования;
- исследование умягчителей воды.

Рабочее место студента «Электрохимия-1. Окислительно-восстановительные реакции»

Предназначено для выполнения работ по теме «Окислительно-восстановительные реакции». Позволяет: измерять ЭДС различных гальванических элементов; исследовать зависимость окислительно-восстановительного потенциала раствора от концентрации; получать кривые редокс-метрического титрования, при необходимости с параллельным контролем pH и оптической плотности раствора. Обработка полученных зависимостей позволяет определять стандартные окислительно-восстановительные потенциалы веществ, определять концентрацию окислителя или восстановителя; подбирать индикаторы для редокс-метрического титрования; определять влияние pH и комплексонов на окислительно-восстановительный потенциал вещества.

Выполняемые эксперименты:

- определение плотности жидкости;
- измерение ЭДС гальванических элементов;
- установление ряда активности металлов;

– измерение окислительно-восстановительного потенциала с помощью редокс-электрода;

– зависимость окислительно-восстановительного потенциала от концентрации редокс-пары;

– изменение рН в ходе окислительно-восстановительных реакций;

– зависимость окислительно-восстановительного потенциала от рН;

– исследование зависимости окислительно-восстановительного потенциала пары I^{3-}/I^- от рН и исследование диспропорционирования иода;

– определение концентрации различных веществ методом редоксметрического титрования;

– определение концентрации различных веществ методом редоксметрического титрования с дополнительным контролем по собственной окраске компонентов;

– определение концентрации окислителя методом иодометрического титрования с редоксметрической индикацией точки эквивалентности;

– определение активного хлора в воде методом иодометрического титрования с редоксметрическим детектированием точки эквивалентности;

– определение концентрации вещества и стандартного окислительно-восстановительного потенциала соответствующей редокс-пары методом редоксметрического титрования;

– определение концентрации Fe^{3+} методом комплексометрического титрования с редоксметрической индикацией точки эквивалентности.



Рис. 10. «Электрохимия-1»

Рабочее место студента «Электрохимия-2. Гальваника»

Предназначено для выполнения работ по темам «Электрохимия», «Окислительно-восстановительный потенциал», «Гальваника», «Вольтамперометрия». Позволяет задавать и измерять потенциалы электродов и ток через гальваническую ячейку.

Выполняемые эксперименты:

– электрохимическое осаждение металлов;



Рис. 11. «Электрохимия-2»

- электрохимическое получение латуни и бронзы;
- исследование поведения металлов в качестве анодов;
- анодное оксидирование алюминия;
- электрохимическая размерная обработка металлов;
- электрохимическое полирование металлов;
- исследование электрохимической коррозии металлов;
- перенапряжение выделения водорода на различных электродах;
- перенапряжение выделения кислорода на различных электродах;
- исследование обратимости окислительно-восстановительных пар в растворе методом цикловольтамперометрии;
- электрохимическое окисление в процессах очистки воды от загрязняющих веществ.

Рабочее место студента «Электрохимия-3. Электролиз»

Лабораторная установка состоит из настольного стенда, на котором смонтирован источник питания, электрическая цепь для осуществления процесса электролиза, электронные весы, устройство

подсветки. Конструкция анода обеспечивает его крепление к крюку электронных весов и включение его в электрическую цепь. Для удобства визуального контроля процесса электролиза стенд имеет устройство подсветки с блоком питания и выключателем. С целью непрерывного контроля изменения массы анода весы подключены к USB-порту компьютера. Регистрация силы тока осуществляется с помощью имеющегося в электрической цепи датчика тока, который также подключен к компьютеру.

Выполняемые эксперименты:

- изучение процесса электролиза растворов;
- определение постоянной Фарадея.

Рабочее место студента «Электрохимия-4. Универсальная газовая постоянная»

Для осуществления процесса электролиза используют датчики параметров состояния газа, датчик тока и герметичный стеклянный резервуар с электродной системой. С целью непрерывного контроля количества выделившегося газа к резервуару подключены датчики, контролирующие его объем, давление и температуру. Регистрация силы тока осуществляется с помощью имеющегося в электрической цепи датчика тока, который так же, как и остальные датчики, подключен к компьютеру.

Выполняемые эксперименты:

- изучение процесса электролиза растворов;



Рис. 12. «Электрохимия-3»



Рис. 13. «Электрохимия-4»

- получение зависимости количества газа, выделившегося при электролизе, от количества заряда, пропущенного через электролизёр;
- определение универсальной газовой постоянной.

3. Характеристика цифровых датчиков в составе УРМС

Используя различные цифровые датчики, можно проводить широкий спектр исследований, демонстрационных и лабораторных работ, а также осуществлять научно-исследовательские проекты, способствующие решению и освоению межпредметных задач.

Для лабораторного практикума по общей химии необходимое следующие цифровые датчики.

Датчик температуры платиновый (–40...180 °С)

Предназначен для регистрации температуры твердых, жидких и газообразных сред, в том числе и химически активных. Датчик состоит из электронного блока и щупа с чувствительным элементом, соединенных кабелем длиной не менее 1400 мм. Чувствительный элемент выполнен на базе платинового термосопротивления и устанавливается внутри щупа, который изготовлен из трубки из нержавеющей стали диаметром не более 2 мм, длина погружаемой части щупа составляет не менее 90 мм. Диапазон измерения составляет от –40 до +180 °С, разрешение – не менее 0,25 °С, а погрешность – не более 1 °С. Время термической реакции составляет не более 1 с. Электронный блок датчика имеет корпус из ударопрочного пластика с возможностью закрепления на магнитной



Рис. 14. Датчик температуры платиновый

поверхности. Габариты электронного блока не более $70 \times 40 \times 25$ мм и быть не менее $50 \times 30 \times 20$ мм. Электронный блок имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру с помощью соединительного кабеля. Программное обеспечение показывает данные на мониторе в виде зависимости температуры от времени.

Датчик электропроводности



Рис. 15. Датчик электропроводности

Предназначен для измерения удельной электропроводности жидких сред. Датчик состоит из электронного блока и щупа с электродами, соединенных кабелем длиной 1 м. Датчик электропроводности работает в двух диапазонах: $0-2$ мСм/см и $0-10$ мСм/см. Чувствительность датчика $0,002$ мСм/см. Погрешность измерений не более 10%. Время установления показаний: не более 5 с. Диапазон температур исследуемого раствора должен лежать в пределах от 0 до $+60$ градусов. Электронный блок цифрового датчика электропроводности имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру через соединительный кабель. Размер корпуса электронного блока составляет не более $70 \times 40 \times 25$ мм. Корпус изготовлен из ударопрочного пластика и имеет магнитный слой на одной из сторон для закрепления на металлической поверхности. Программное обеспечение позволяет выбрать требуемый диапазон и данные на мониторе в виде зависимости электропроводности от времени.

Датчики оптической плотности на 400, 475, 525, 595 нм

Предназначены для измерения оптической плотности растворов при определенной длине волны. Диапазон измерения лежит в пределах от 0 до 2 ед. оптической плотности, погрешность измерения составляет не более 1%, время установления показаний – не более 1 с. Датчик обеспечивает измерение и запоминание уровня

сигнала при отсутствии поглощения (настройку на нулевое значение оптической плотности) и обеспечивает работу в условиях, не требующих затемнения помещения, т. е. автоматически определяет и учитывает уровень фоновой освещенности приемника излучения. Цифровой датчик оптической плотности имеет П-образный корпус размером не более $85 \times 75 \times 24$ мм с пазами, соответствующими по размерам бортикам кюветы, а также винт для фиксации кюветы. Корпус датчика изготовлен из ударопрочного пластика и имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру с помощью соединительного кабеля.



Рис. 16. Датчики оптической плотности

Программное обеспечение обеспечивает представление данных на мониторе в виде зависимости оптической плотности от времени и имеет режим настройки, в котором определяется уровень сигнала, соответствующий нулевому значению оптической плотности.

Датчик объема жидкого реагента

Предназначен для измерения объема жидкого реагента, ушедшего при титровании. Датчик состоит из корпуса, толкателя на основе реечного механизма и цифрового датчика, контролирующего вращение рукоятки. Толкатель перемещает поршень заполненного реагентом и вставленного в корпус датчика шприца, и таким образом, контролируемое количество вещества подается в сосуд для



Рис. 17. Датчик объема жидкого реагента

титрования. Датчик имеет 2 диапазона измерений: от 0 до 3 мл и от 0 до 10 мл, границы которых определяются объемом используемого шприца. Погрешность измерения не должна превышать 2%. Чувствительность датчика составляет не менее 0,02 мл (объем одной капли). Программное обеспечение рассчитывает объем титранта на основе введенных в программу перед началом измерений параметров шприца, позволяет студенту принять любое значение объема из рабочего диапазона в качестве нулевого и проводить измерение объема относительно выбранного нулевого значения, а также обеспечивать представление результатов измерений на экране в виде зависимости объема титранта от времени. Цифровой датчик объема жидкого реагента имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру через соединительный кабель. Датчик имеет стальной стержень для закрепления его в штативе.

Датчик объема газа с контролем температуры

Предназначен для измерения изменения объема газа с одновременным контролем температуры во внутреннем объеме датчика. Датчик имеет следующие технические характеристики:

- диапазон измерения объема газа, мл: от 0 до 450 с разрешением не хуже 6 мл;
- погрешность измерения объема, не более $\pm 5\%$;
- диапазон температур исследуемого газа, °С: от 0 до +60;
- погрешность измерения температуры, не более $\pm 2\%$.

Датчик выполнен на основе цилиндра с гофрированными боковыми стенками, объем



Рис. 18. Датчик объема газа с контролем температуры

которого изменяется за счет растяжения или сжатия его в осевом направлении. Перемещение верхнего основания цилиндра фиксируется считывающим устройством, расположенном в корпусе электронного блока датчика. Конструкция датчика обеспечивает возможность закрепления его в муфте штатива в вертикальном положении с выносом от оси штатива не менее 100 мм для погружения резервуара датчика в сосуд с горячей водой. Датчик имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру с помощью соединительного кабеля. Программное обеспечение показывает данные на мониторе в виде зависимостей объема газа и его температуры от времени. Программное обеспечение позволяет студенту принять любое значение объема из рабочего диапазона в качестве нулевого и проводить измерение объема относительно выбранного нулевого значения.

Датчик рН

Предназначен для измерения водородного показателя в водных растворах. Датчик состоит из электронного блока и комбинированного рН-электрода, соединенных кабелем длиной 1 м с разъемом. Диапазон измерений лежит в пределах: 0–12 ед. рН при 20 °С. Рабочий диапазон температур: 10–80 °С. Погрешность измерения не более $\pm 0,1$ ед. рН при температуре жидкости +20 °С.

Время достижения 95% значения измеряемой величины: не более 10 с. Чувствительность датчика не менее 0,01 ед. рН. Электронный блок цифрового датчика рН имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру через соединительный кабель. Размер корпуса электронного блока составляет не более 70×40×25 мм. Корпус изготовлен из ударопрочного пластика и имеет магнитный слой на одной из сторон для закрепления на металлической поверхности. Программное обеспечение обеспечивает компенсацию влияния



Рис. 19. Датчик рН

температуры на результат измерения и представление данных на мониторе в виде зависимости водородного показателя от времени.

Датчик электрохимического потенциала



Рис. 20. Датчик электрохимического потенциала

Предназначен для измерения разности потенциалов между электродами гальванических элементов. Высокое входное сопротивление датчика позволяет измерять разность потенциалов на электродах гальванических элементов с высокими внутренними сопротивлениями. Датчик имеет следующие характеристики:

- количество каналов: 1;
- диапазон измеряемых напряжений: от $-2,0$ до $+2,0$ В;
- чувствительность: $0,001$ В;
- входное сопротивление: не менее 10 МОм.

Размер корпуса датчика должен быть не более $70 \times 40 \times 25$ мм. Корпус изготовлен из ударопрочного пластика и имеет слой магнитной резины на одной из сторон для крепления датчика на металлической поверхности. Датчик имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру с помощью соединительного кабеля. Подключение датчика к электродам осуществляется с помощью гибкого кабеля длиной не менее $0,25$ м, имеющего на конце 2 однополюсных штекерных разъема диаметром 4 мм.

Датчик-переходник для подключения электродов

Предназначен для измерения разностей потенциалов между измерительными электродами и электродом сравнения. Датчик обеспечивает одновременную регистрацию двух сигналов (разностей

потенциалов между измерительными электродами и электродом сравнения) и имеет следующие характеристики:

- диапазон измеряемых напряжений: от $-0,5$ В до $+0,5$ В;
- чувствительность: $0,001$ В;
- входное сопротивление: не менее 100 ГОм.

На корпусе датчика смонтированы два разъема для подключения ионоселективных электродов и один разъем для электрода сравнения. Размер корпуса датчика не более $75 \times 40 \times 37$ мм. Корпус изготовлен из ударопрочного пластика и имеет слой магнитной резины на одной из сторон для крепления датчика на металлической поверхности. Датчик имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру с помощью соединительного кабеля. Программное обеспечение имеет меню настройки, в котором для каждого канала вводится тип подключенного ионоселективного электрода и выбирается величина (напряжение, показатель активности, активность), выводимая на экран в виде зависимости от времени.



Рис. 21. Датчик-переходник для подключения электродов

Датчик температуры термопарный (три диапазона измерений: $0-100$ °С, $0-400$ °С, $0-1000$ °С)

Предназначен для регистрации температуры жидких и газообразных химически неактивных сред. Цифровой датчик температуры термопарный выполнен на основе термопарного чувствительного элемента без компенсации холодного спая. Чувствительный элемент (спай) расположен на конце отрезка термопарной проволоки длиной не менее 140 мм, которая заключена в термостойкую изолирующую оболочку и вставлена в отверстие корпуса. Датчик имеет 3 диапазона измерений: от 0 до 100 °С, от 0 до 400 °С, от 0 до 1000 °С. Погрешность измерения датчика не превышает 10 °С, при этом разрешение датчика не хуже 1 °С. Цифровой датчик температуры имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру через соединительный



Рис. 22. Датчик температуры термопарный

кабель. Программное обеспечение представляет данные на мониторе в виде зависимости температуры от времени и осуществляет переключение диапазонов измерения в соответствии с требованиями эксперимента в специальном окне экрана работы с датчиком. Размер корпуса датчика составляет не более 70×40×25 мм. Корпус изготовлен из ударопрочного пластика и имеет слой магнитной резины на одной из сторон для крепления датчика на металлической поверхности (на магнитной доске), а также отверстие с вмонтированной гайкой для вкручивания стержня с целью фиксации датчика в штативе.

Датчик термостатирующий

Предназначен для нагрева раствора и поддержания постоянной его температуры во время проведения измерений. Термостатирующее устройство содержит нагреватель мощностью не более 35 Вт, электронную схему управления и датчик температуры с полупроводниковым чувствительным элементом. Термостатирующее устройство собрано в корпусе из пластика и рассчитано на использование совместно с кюветой размером 110×46×40 мм. Термостатирующее устройство имеет разъем USB (BF) для подключения к компьютеру с помощью соединительного кабеля. Термостатирующее устройство укомплектовано блоком питания напряжением не менее 12 В.

Диапазон рабочих температур лежит в пределах от +30 до +60 °С. Точность удержания температуры в пределах 1 °С. В качестве измерителя температуры используется термистор. Объем термостабилизированного раствора лежит в диапазоне от 90 до 110 мл. Получение данных о температуре раствора и управление режимом работы нагревателя осуществляется микроконтроллером термостатирующего устройства в соответствии с параметрами, которые заданы в компьютерной программе выполнения работы практикума. Компьютерная программа осуществляет вывод на экран температуры раствора в виде зависимости от времени.



Рис. 23. Датчик термостатирующий

4. Задачи практикума

4.1. Разделение смесей и очистка веществ

4.1.1. Факторы, влияющие на качество перегонки

Работа выполняется на РМС «Перегонка».

Задача. Установить, как наличие дефлегматора влияет на качество перегонки.

Теория. Перегонка – способ разделения смесей, основанный на разнице в температурах кипения их компонентов. При перегонке жидкость нагревают, а ее пары конденсируют. При этом компоненты смеси выкипают в порядке повышения их температур кипения. Пока выкипает данная жидкость, ее температура, а также температура паров над ней остается постоянной и равной ее температуре кипения. Из-за неравномерности нагрева жидкость частично перегревается, и равновесие между жидкостью и паром не всегда успевает установиться. В этом случае вместе с низкокипящей жидкостью испаряется некоторое количество высококипящей и разделение оказывается менее полным.

В данном опыте перегоняется смесь воды ($t_{\text{кип}}^{\circ} = 100^{\circ}\text{C}$) и моноэтаноламина ($t_{\text{кип}}^{\circ} = 175^{\circ}\text{C}$). Дистиллированная вода почти не проводит электрический ток, раствор моноэтаноламина в воде – проводит. По электропроводности отгона можно судить о концентрации моноэтаноламина в нем, а значит, и о полноте очистки воды.

План работы. Перегоняют смесь воды с моноэтаноламином сначала без дефлегматора (устройство, осуществляющее частичную конденсацию проходящего через него пара), а потом – с дефлегматором. Записывают зависимость электропроводности отгона от температуры. Сравнивают электропроводность отгона в двух случаях.

Оборудование. Датчик температуры в пробке под насадку Вюрца; датчик электропроводности; компьютер с измерительным блоком; прибор для перегонки: колба трехгорлая на 500 мл, дефлегматор, насадка Вюрца, холодильник, штатив с лапками и муфтами; колбонагреватель; подъемный столик или штатив с кольцом; цилиндр мерный на 100 мл; химический стакан на 100 мл; кипелки (длинные капилляры, запаянные с одного конца или фарфоровая крошка); 2 пробки на 14 и одна на 29.

Реактивы. Смесь воды с моноэтаноламином (80% воды по массе) – 100 мл.

Подготовка к работе. К первому разъему измерительного блока подключают датчик температуры, ко второму – кондуктометр. В меню программы «L-Химия практикум» (РМС «Перегонка») выбирают пункт «Факторы, влияющие на качество перегонки». Переходят в окно измерений. В сценарии реализован непрерывный режим записи.

Ход работы. Собирают прибор для перегонки без дефлегматора (рис. 24). В трехгорлую колбу через одно из боковых горл наливают цилиндром 100 мл (ровно) смеси жидкостей и помещают кипелки, погружают датчик электропроводности в пустой стаканчик так, чтобы между ним и дном стакана был небольшой зазор.

Включают охлаждающую воду и ставят регулятор колбонагревателя в положение «тах». Нажатием на экранную кнопку «Пуск» запускают процесс измерения. Включают магнитную мешалку. Когда начнется кипение, переводят нагреватель в среднее положение. В ходе перегонки положение нагревателя поддерживают таким, чтобы одна капля отгона капала за 2–3 с. Пока в приемник не начал поступать отгон, датчик электропроводности показывает ноль. Как только жидкость, поступившая в приемник, зальет контакты кондуктометра, программа начнет показывать электропроводность. Программа изменяет значение температуры и электропроводности достаточно редко – 1 раз в 10 секунд. Продолжают нагревание до тех пор, пока не выкипит вода, что можно будет увидеть

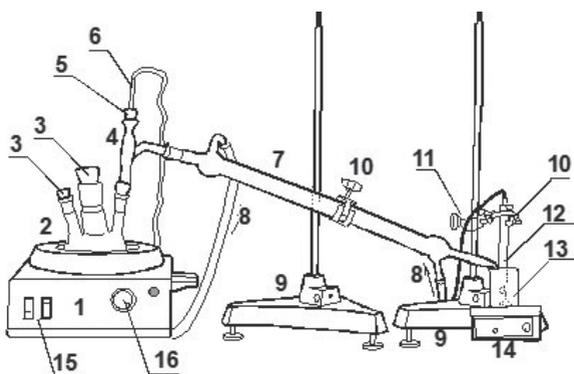


Рис. 24. Установка для перегонки без дефлегматора: 1 – колбонагреватель; 2 – трехгорлая колба; 3 – пробки; 4 – насадка Вюрца; 5, 6 – датчик температуры; 7 – холодильник; 9 – шланги резиновые (указано направление тока воды); 10 – штативы; 11 – лапки; 12 – муфта; 13 – датчик электропроводности; 14 – химический стакан; 15 – магнитная мешалка; 16 – кольцо

по резкому подъему температуры паров или (если нагревание недостаточно мощное) по прекращению кипения. После этого нагревание прекращают. Останавливают измерение нажатием экранной кнопки «Стоп» и сохраняют результаты нажатием экранной кнопки «Архив».

Собирают прибор для перегонки с дефлегматором, который закрепляют к насадке Вюрца, и процедуру повторяют. При этом нагрев должен быть более мощным, так как большая часть отгона конденсируется в дефлегматоре.

Обработка результатов. Полученные в работе файлы открывают в программе Excel. В них – два столбца. Первый столбец – температура, второй – электропроводность отгона. Сравнивают температуры кипения и электропроводность в двух случаях и делают вывод об эффективности перегонки.

Отчет. В отчете должны присутствовать графики зависимости электропроводности отгона от температуры пара, вывод о том, связаны ли эти параметры и вывод о влиянии дефлегматора на чистоту отгона.

Дополнительные исследования. В порядке дополнительных исследований можно изучить чистоту отгона в зависимости от мощности нагревания. Для этого повторяют опыт с дефлегматором, но колбонагреватель включают на максимум. Также можно исследовать влияние разницы температур кипения на качество отгонки. Для этого проводят перегонку смеси воды и уксусной кислоты ($t_{\text{кип}} = +118 \text{ }^\circ\text{C}$).

4.1.2. Получение кривой перегонки смеси жидкостей. Определение состава смесей жидкостей по ее кривые перегонки

Работа выполняется на РМС «Перегонка».

Задача. Определить состав смеси воды с ацетоном.

Теория. Перегонка – способ разделения смесей, основанный на разнице в температурах кипения их компонентов. При перегонке жидкость нагревают, а ее пары конденсируют. При этом компоненты смеси выкипают в порядке повышения их температур кипения. Пока выкипает данная жидкость, температура паров над ней остается постоянной и равной ее температуре кипения. Когда вся жидкость из смеси выделяется, температура возрастает до температуры кипения следующей жидкости. Зависимость температуры от массы

отогнанной жидкости называется кривой перегонки. По кривой перегонки можно установить состав исходной смеси (точнее массу каждого компонента, выкипающего при соответствующей температуре).

План работы. Берут навеску смеси. Перегоняют ее, записывая зависимость массы отгона от температуры (кривую перегонки). По скачку на кривые перегонки определяют массу ацетона в пробе. Зная массу пробы и массу ацетона в ней, рассчитывают массовую долю ацетона.

Оборудование. Весы; термодатчик в пробке под насадку Вюрца; компьютер с измерительным блоком; прибор для перегонки: колба круглодонная на 250 мл, дефлегматор, насадка Вюрца, холодильник, штатив с лапками и муфтами, газовая горелка, колбонагреватель, подъемный столик или штатив с кольцом под весы, приемный стаканчик на 100 мл или цилиндр на 100 мл; две пробки; кипелки.

Реактивы. Смесь воды с ацетоном (состав задает преподаватель) – 100 г.

Подготовка к работе. Собирают прибор для перегонки (Рис. 25). На весах в мерном цилиндре отвешивают 100 г (ровно) смеси жидкостей, переливают в трехгорлую колбу через одно из боковых горл, помещают в колбу кипелки и затыкают горла пробками. К первому разъему измерительного блока подключают датчик

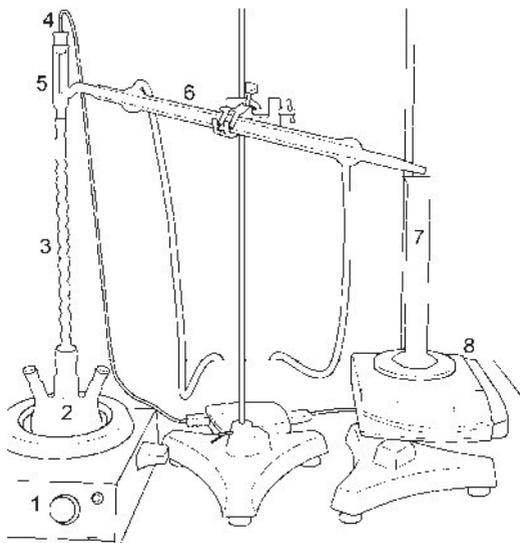


Рис. 25. Прибор для перегонки: 1 – колбонагреватель; 2 – колба; 3 – дефлегматор; 4 – термодатчик; 5 – насадка Вюрца; 6 – холодильник; 7 – цилиндр; 8 – весы

температуры. К USB-порту подключают весы. Приемник ставят на весы и проводят обнуление тары.

В меню программы «L-Химия – практикум» (PMS «Перегонка») выбирают пункт «Получение кривой перегонки смеси жидкостей». Выходят в окно измерений. Сценарий работает в непрерывном режиме.

Ход работы. Регулятор колбонагревателя ставят в среднее положение и включают охлаждающую воду. Нажимают экранную кнопку «Пуск». Программа начинает записывать кривую перегонки. Положение регулятора нагревателя поддерживают так, чтобы в минуту в приемник попадало 1–2 г отгона. Отгон ведут до тех пор, пока в приемнике не окажется 80–90 г отгона (нельзя упаривать содержимое исходной колбы насухо). Выключают нагрев, останавливают измерение нажатием экранной кнопки «Стоп» и сохраняют результаты нажатием экранной кнопки «Архив».

Обработка результатов. Полученные в работе файлы открывают в программе Excel. В нем – два столбца. Первый столбец – температура отгона, второй – его масса. Строят кривую перегонки (зависимость массы от температуры). По изменению массы при соответствующей температуре определяют массы всех компонентов, кроме кипящего – последним. Массу компонента, кипящего последним, определяют по разности между массой исходной смеси и массой отгона до начала кипения последнего компонента.

Отчет. В отчете должна присутствовать кривая перегонки (зависимость массы отгона от температуры), формулы для расчета массовой доли ацетона в смеси, обоснование подставления тех или иных значений в формулу (откуда взяли эти значения) и, в выводе – массовая доля ацетона в смеси.

4.1.3. Изучение полноты промывания осадка и подбор оптимальных условий промывания

Работа выполняется на PMS «Кондуктометрия» или UРMS. Возможно выполнение на PMS «Перегонка»

Задача. Установить оптимальный режим промывания осадка.

Теория. При образовании нерастворимых веществ в осадок обычно увлекается некоторое количество маточного раствора с содержащимися в нем примесями. Чтобы удалить эти примеси, осадок промывают дистиллированной водой. Полнота промывания зависит от объема промывной воды в каждой порции, количества порций и длительности промывания.

План работы. Готовят осадок и промывают его водой, каждый раз измеряя электропроводность промывной воды. Процесс проводят с порциями промывной воды в 40 и 100 мл.

Оборудование. Датчик электропроводности (см. рис. 15), компьютер с измерительным блоком, магнитная мешалка, стаканчик на 100 мл, мерный стаканчик на 50 мл, штатив химический.

Реактивы. BaCl_2 0.2M и Na_2SO_4 0.2M.

Подготовка измерительной системы. Закрепляют датчик электропроводности в штативе, погружают в стаканчик и подключают его к первому разъему измерительного блока. В меню программы «L-Химия – практикум», раздел «Датчики», выбирают пункт «Датчик электропроводности: Два диапазона (по выбору): Ручной ввод абсциссы». Выходят в окно измерений.

Ход работы. В стаканчик на 100 мл наливают 50 мл BaCl_2 0.2M. Стаканчик ставят на магнитную мешалку, включают перемешивание. Из стаканчика на 50 мл добавляют 50 мл Na_2SO_4 0.2M. Через несколько секунд останавливают перемешивание и отстаивают выпавший BaSO_4 . Когда осадок отстоится, аккуратно (чтобы не слить осадок) и возможно более полно сливают с него маточный раствор. Заливают осадок 40 мл дистиллированной воды (отмеряя ее стаканчиком на 50 мл), погружают датчик, переключенный на диапазон 0,5–5 мСм/см, включают перемешивание, запускают измерение нажатием на экранную кнопку «Пуск». Значение электропроводности выводится на верхний индикатор в правом верхнем углу экрана, сверху в центре экрана выводится время от последнего нажатия кнопки «Пуск» или «Выбор». Когда электропроводность перестанет расти, нажимают кнопку «Выбор». В появившемся окне вводят значение абсциссы «1» (номер промывания). Мешалку выключают, дают осадку отстояться, сливают с него маточный раствор. Вновь заливают осадок дистиллированной водой, погружают датчик электропроводности, включают мешалку и, когда электропроводность перестанет расти, нажимают экранную кнопку «Выбор». При этом в появляющемся окне всегда вводят номер промывания. Процедуру повторяют несколько раз. Когда значение электропроводности оказывается меньше 1 мСм/см, переключают диапазон на датчике электропроводности. При этом значение электропроводности выводится на втором сверху экранном индикаторе. Промывание считают законченным, когда электропроводность новой порции маточного раствора не станет такой же, как электропроводность предыдущей. Останавливают измерение нажатием экранной кнопки «Стоп» и

сохраняют результаты нажатием экранной кнопки «Архив». Отмечают, сколько порций воды потребовалось, чтобы промыть осадок.

Полностью повторяют аналогичный опыт, но промывают осадок порциями не по 40, а по 100 мл.

Отчет. В отчете должны быть приведены зависимости электропроводности от номера промывания для двух серий (промывание по 40 и 100 мл) и выводы. В выводах должно быть указано:

а) приблизительное время промывания осадка каждой порцией;
б) количество порций и суммарный объем воды, ушедшей на промывание;

в) какой режим промывания оптимален с точки зрения экономии воды, а какой – с точки зрения экономии времени.

4.2. Растворы и кристаллогидраты

4.2.1. Приготовление раствора заданной молярной концентрации

Работа выполняется на РМС «Стехиометрия» или УРМС.

Задача. Приготовить раствор заданной молярной концентрации.

Теория. Молярная концентрация – количество вещества в 1 л раствора. Для приготовления раствора заданной молярной концентрации берут навеску вещества, содержащую его определенное количество, количественно (т. е. без потерь) переносят в мерную колбу, растворяют в воде и доводят объем раствора до метки.

Оборудование. Весы, мерная колба определенного объема, стаканчик для взвешивания, шпатель.

Реактивы. $K_2Cr_2O_7$ или $K_3[Fe(CN)_6]$ любой другой реактив, который можно использовать в качестве первичного стандарта.

План работы. Рассчитывают навеску вещества, которая необходима для приготовления данного объема раствора данной концентрации. Берут эту навеску, растворяют в воде и доводят объем раствора до заданного.

Ход работы. Рассчитывают необходимую навеску определенной концентрации раствора. Стаканчик для взвешивания ставят на весы и обнуляют тару. Шпателем насыпают реактив в стаканчик для взвешивания до тех пор, пока масса реактива в стаканчике не превысит расчетную. После чего из стаканчика начинают шпателем отбирать реактив. Если масса реактива по-прежнему превышает расчетную, отобранный реактив отбрасывают в емкость для слива,

если оказывается ниже расчетной – из шпателя потихоньку насыпают реактив в стаканчик для взвешивания до тех пор, пока его масса не сравняется с расчетной.

Навеску реактива заливают дистиллированной водой, перемешивают в стаканчике круговым движением и переносят в мерную колбу. Так до тех пор, пока весь реактив не окажется в мерной колбе. Реактив перемешивают круговыми движениями и, когда он полностью растворится, объем раствора доводят водой до метки. Затыкают мерную колбу и перемешивают ее содержимое, опрокидывая колбу не менее 15 раз.

Отчет. В отчете должна быть формулировка задачи с указанием конкретного вещества, объема и концентрации раствора, который предполагается приготовить. Также должны быть приведены формулы для расчета навески и указана навеска вещества.

4.2.2. Определение содержания воды в кристаллогидрате

Работа выполняется на РМС «Стехиометрия» или УРМС.

Задача. Определить состав кристаллогидрата, то есть количество молекул воды, приходящееся на одну формульную единицу.

План работы. Берут навеску кристаллогидрата, нагревают ее до удаления воды и взвешивают. По разности рассчитывают массу потерянной воды, а из нее и массы исходной навески – состав кристаллогидрата.

Оборудование. Весы, горелка, штатив с кольцом и фарфоровым треугольником, чашка для выпаривания, стеклянная палочка, ступка фарфоровая с пестиком, эксикатор (желателен).

Реактивы. Кристаллогидрат, содержание воды в котором предполагается определить (выдает преподаватель).

Ход работы. Закрепляют в штативе кольцо, кладут на него фарфоровый треугольник. Ставят на весы чашку для выпаривания и обнуляют тару. В чашку отбирают навеску ~10 г кристаллогидрата и записывают точную массу. Никаких новых обнулений тары после этого делать нежелательно.

Чашку для выпаривания с веществом ставят на фарфоровый треугольник и нагревают на газовой горелке, иногда перемешивая кристаллы стеклянной палочкой. Если кристаллы плавятся, нагревают их аккуратно, не допуская бурного кипения с разбрызгиванием. Нагревание прекращают, когда все кристаллы равномерно изменят цвет. После этого чашку остужают и взвешивают. Записывают массу. После взвешивания чашку нагревают еще некоторое время

и процедуру взвешивания повторяют. И так до тех пор, пока массы при двух последовательных взвешиваниях не совпадут.

Обработка результатов. По разности между начальной и конечной массой находят массу потерянной воды, а из нее, зная массу исходной навески – состав кристаллогидрата (сколько молекул воды приходится на одну формульную единицу).

Отчет. В отчете должно быть указание, состав какого кристаллогидрата необходимо было определить, приведены общие формулы для расчета. Должны быть указаны исходная навеска кристаллогидрата и его масса после прокаливания. В выводе дается формула кристаллогидрата с указанием количества молекул воды в одной формульной единице.

Контрольные вопросы

1. Почему нельзя ставить чашку для выпаривания непосредственно на железное кольцо?
2. Может ли число молекул воды, приходящееся на одну формульную единицу, быть не целым?
3. За счет чего определенное вами число молекул воды может отличаться от реальности?

4.2.3. Определение концентрации веществ колориметрическим методом с использованием нескольких стандартных растворов

Работа выполняется на РМС «Колориметрия» или УРМС.

Задача. Определить концентрацию раствора по его оптической плотности, приготовив предварительно калибровочный график.

Теория. Поглощение света определенной длины волны зависит от концентрации в соответствии с законом Бугера–Ламберта–Бэра:

$$\lg(I/I_0) = \varepsilon C l,$$

где I – интенсивность светового излучения соответствующей длины волны, прошедшего через поглощающий раствор; I_0 – интенсивность того же света, попавшее на поглощающее вещество; ε – коэффициент экстинкции (молярный коэффициент светопоглощения), зависящий от природы поглощающего вещества и длины волны света; C – молярная концентрация поглощающего вещества; l – длина оптического пути (длина пути, который луч света проходит через поглощающий раствор). Величина $D = \lg(I/I_0)$ называется оптической плотностью раствора.

Из закона Бугера–Ламберта–Бэра следует, что оптическая плотность прямо пропорциональна концентрации поглощающего вещества в растворе. Если построить калибровочный график, т. е. взять несколько растворов известной концентрации и измерить их оптические плотности (D), то по графику, зная оптическую плотность исследуемого раствора, можно определить концентрацию.

Если вещество, концентрацию которого требуется определить, не окрашено, можно ввести в раствор вещество-индикатор, дающее окраску в присутствии определяемого вещества. Так, чтобы определить концентрацию железа (II) в растворе, в него вводят фенантролин, дающий с этим ионом ярко-красную окраску.

Иногда в исследуемые растворы также приходится вводить модификаторы кислотности (например, буферные растворы, создающие значения pH, оптимальные для образования стабильной и воспроизводимой окраски; маскирующие агенты, связывающие мешающие вещества). Концентрация этих веществ, равно как и индикатора, во всех стандартных растворах должна быть одинаковой.

Для того, чтобы построить точный калибровочный график, в нескольких мерных колбах готовят стандартные растворы, содержащие строго определенную концентрацию исследуемого вещества и одинаковые концентрации остальных реагентов. Измеряют оптическую плотность каждого раствора. В некоторых случаях можно использовать менее точный способ – добавлять запасный раствор исследуемого вещества определенными порциями, рассчитывать

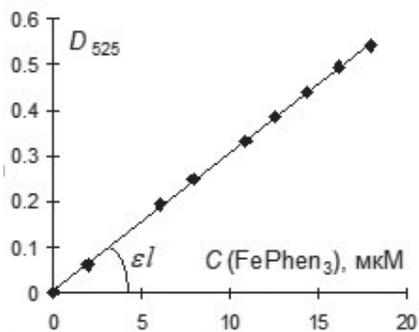


Рис. 26. Зависимость оптической плотности раствора комплексного соединения железа (II) с фенантролином при 525 нм от концентрации в кювете L-Micro

каждый раз концентрацию исследуемого вещества и измерять оптическую плотность после каждого добавления. Этот способ менее точен, но при этом и менее трудоемок.

План работы. Подбирают датчик оптической плотности. Готовят серию стандартных растворов. Измеряют их оптическую плотность. Строят калибровочный график. Измеряют оптическую плотность в пробе. Используя калибровочный график, рассчитывают концентрацию вещества в пробе.

Оборудование. Компьютер с измерительным блоком; линейка светодиодов; датчик оптической плотности (выбирается из датчиков 400, 475, 525, 595 нм по результатам опыта со светодиодной линейкой); кювета; 6 мерных колб на 100 мл; градуированные пипетки на 2 и 10 мл.

Реактивы. В мерных колбах на 100 мл готовят серию стандартных растворов, содержащих концентрации веществ, указанные в Таблице 1.

Кроме того, студент получает раствор с неизвестной концентрацией того же реактива (пробу), приготовленный преподавателем.

Подбор датчика оптической плотности. В сухую кювету наливают раствор с самой большой концентрацией. Подключают светодиодную линейку к третьему разъему измерительного блока. Смотрят на линейку с горящими диодами через кювету с раствором и определяют, свет с какой длиной волны проходит через него хуже всего. Выбирают датчик именно с этой длиной волны. Раствор из кюветы выливают обратно в мерную колбу и кювету ополаскивают.

Таблица 1

Возможные вещества для определения фотометрическим методом в работе 2.3 и условия определения

Определяемое вещество	Концентрации в серии	Запасной раствор	Фон	Запасные растворы для фона	Их объем, мл
Cu^{2+}	0; 2; 4; 6; 8; 10 мМ	CuSO_4 0.1 М на H_2SO_4 0.01М	NH_3 1М	NH_3 5М	20
Ni^{2+}	0; 0.01; 0.02; 0.03; 0.04; 0.05 М	то же	NH_3 1М	NH_3 5М	20
Fe общее	0; 2; 5; 10; 15; 20; 25 мкМ	FeCl_3 0.01 М на HCl 0.1М	0.01 М фенантролин; 0.01 М гидроксиламиновый буфер	фенантролин 0.1 М; гидроксиламиновый буфер pH 6 0.01 М	10 10
I_2/KI	0; 1; 2; 3; 4; 5 мМ	0.01 М I_2 на 0.1М KI	0.01М KI	1М KI	1
KMnO_4	0; 20; 40; 60; 80; 100 мкМ	KMnO_4 1 мМ	вода	–	–
Метилоранж	0; 0.5; 1; 1.5; 2; 2.5 мг/л	Метилоранж 50 мг/л	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0.01 М	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0.1М	10
Метилоранж	0; 0.5; 1; 1.5; 2; 2.5 мг/л	Метилоранж 50 мг/л	$\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2$ 0.01 М	$\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2$ 0.1М	10

Подготовка измерительной системы. Подключают датчик оптической плотности к первому разъему компьютерного измерительного блока. В меню программы «L-Химия – практикум» (PMS «Колориметрия») выбирают пункт «Зависимость оптической плотности от концентрации: одна длина волны». Сценарий работает в режиме ручного ввода абсциссы. Выходят в окно запуска эксперимента.

Ход работы. Заливают в кювету фоновый раствор (с нулевой концентрацией определяемого вещества) и настраивают по нему датчик.

После настройки переходят в окно записи эксперимента. Не снимая кювету, запускают процесс измерения нажатием экранной кнопки «Пуск». После чего нажимают кнопку «Выбор» и в появившееся окно записи вводят значение концентрации (в данном случае – 0). Нажатием на клавишу «Enter» или экранной кнопки «Запись» вводят в компьютер значение оптической плотности при этой концентрации. Снимают датчик с кюветы, сливают из нее раствор, ополаскивают кювету небольшим объемом второго раствора (с наименьшей концентрацией определяемого вещества) и заливают в нее второй раствор.

Повторяют процедуру ввода оптической плотности при данной концентрации. И так далее – до раствора с самой большой концентрацией. Останавливают измерение нажатием экранной кнопки «Стоп» и сохраняют результаты нажатием экранной кнопки «Архив». После чего кювету ополаскивают сначала дистиллированной водой, потом – небольшой порцией пробы. Заливают пробу в кювету и измеряют ее оптическую плотность. Результат записывают или вводят в соответствующую графу отчета в программе Excel.

Обработка результатов. Открывают файл с полученными результатами. В нем первый столбец – концентрации, второй – оптические плотности при этих концентрациях. Строят график зависимости концентрации от оптической плотности и аппроксимируют его прямой линией (графически и аналитически). Если какая-то из точек явно выпадает графика, ее отбрасывают, либо еще раз готовят соответствующий раствор и перемеряют его оптическую плотность. Получившаяся прямая и будет калибровочным графиком.

Определить концентрацию реагента в пробе можно двумя способами: графическим и аналитическим.

При определении графическим способом проводят прямую, параллельную оси абсцисс и начинающуюся в точке с оптической плотностью пробы до ее пересечения с калибровочным графиком.

От пересечения проводят прямую вниз перпендикулярно оси абсцисс до пересечения с ней. Точка пересечения соответствует концентрации вещества в пробе.

При аналитическом определении аппроксимируют калибровочный график прямой вида:

$$D = a \cdot C + b.$$

При этом определяются a и b . Подставляют в полученное уравнение величину D в пробе и решают его относительно C :

$$C = (D - b) / a.$$

Отчет. В отчете следует указать, концентрацию какого вещества определяли и какую длину волны для этого выбрали. Нужно также привести расчеты объемов запасных растворов для приготовления стандартных (в форме таблицы). В результатах следует дать калибровочный график и привести уравнение калибровочной прямой. Отметить оптическую плотность пробы. В выводе указать концентрацию вещества в пробе.

Контрольные вопросы

1. Почему при подборе датчика оптической плотности кювета должна быть сухой?
2. Можно ли строить калибровочный график, измеряя оптическую плотность растворов от большей концентрации к меньшей?
3. Почему при смене растворов во время построения калибровочного графика кювету не ополаскивают дистиллированной водой, а после – ополаскивают?

4.2.4. Определение концентрации веществ колориметрическим методом

с использованием одного стандартного раствора

Работа выполняется на РМС «Колориметрия» или УРМС.

Задача. Определить концентрацию раствора по его оптической плотности, приготовив предварительно калибровочный график. В отличие от предыдущей работы калибровочный график строится с использованием одного стандартного раствора.

Теория. См. предыдущую работу. Данная работа отличается способом построения калибровочного графика. Вместо того, чтобы готовить серию из нескольких растворов, берут один фоновый раствор и порциями добавляют к нему определяемый реагент.

Поскольку растворы разбавленные, их объемы можно считать аддитивными, поэтому концентрацию определяемого реагента в растворе можно в любой момент рассчитать.

Оборудование. Компьютер с измерительным блоком; линейка светодиодов; датчик оптической плотности (выбирается из датчиков 400, 475, 525, 595 нм по результатам опыта со светодиодной линейкой); кювета; градуированные пипетки на 2 и 10 мл; мерный цилиндр на 100 мл; шприц на 10 мл.

Реактивы. Используют два раствора. Первый раствор предназначен для заливания в кювету (фон). Фон содержит дистиллированную воду, иногда – индикатор, модификатор кислотности (чтобы подавить гидролиз или обеспечить более полное взаимодействие определяемого вещества с индикатором), другие модификаторы среды. Второй раствор – запасный раствор определяемого вещества в определенной концентрации.

Таблица 2

Возможные вещества для определения фотометрическим методом в работе 2.4 и условия определения

Реактив	Индикатор	Фоновый раствор	Запасный раствор
Cu^{2+}	–	H_2SO_4 0.1M	CuSO_4 0.5M
Cu^{2+}	NH_3	NH_3 1M	CuSO_4 0.1M
Ni^{2+}	–	H_2SO_4 0.1M	NiSO_4 0.5M
Ni^{2+}	NH_3	NH_3 1M	NiSO_4 0.2M
Fe общее	Фенантролин	Фенантролин 0.01 M; гидроксиламиновый буфер pH 6 0.01M	FeCl_3 $2 \cdot 10^{-4}$ M на 0.01M фенантролине + 0.01M гидроксиламиновом буфере.
I_2/KI	–	KI 0.1M	0.01 M на 0.1M KI
KMnO_4	–	H_2SO_4 0.01M	KMnO_4 1 мМ
Метилоранж	–	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0.01M	Метилоранж 50 мг/л
Метилоранж	–	$\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2$ 0.01M	Метилоранж 50 мг/л

Студент получает раствор с неизвестной концентрацией того же реактива (пробу), приготовленный преподавателем.

План работы. Подбирают датчик оптической плотности. В фоновый раствор добавляют запасный раствор определяемого вещества и после каждого добавления измеряют его оптическую плотность. Строят калибровочный график. Измеряют оптическую плотность в пробе. Используя калибровочный график, рассчитывают концентрацию вещества в пробе.

Подготовка измерительной системы. Датчик оптической плотности подключают к первому разъему компьютерного измерительного блока. В меню программы «L-Химия – практикум» из раздела «Титрование» выбирают пункт «Титрование с одним датчиком: Титрование с контролем оптической плотности: ручной ввод шага». Выходят в окно запуска эксперимента. Сценарий работает в режиме ручного ввода шага.

Подбор датчика оптической плотности. В кювету наливают запасный раствор, раствор с самой большой концентрацией. Подключают светодиодную линейку к третьему разъему измерительного блока. Смотрят на линейку с горящими диодами через кювету с раствором и определяют, свет с какой длиной волны проходит через него хуже всего. Выбирают датчик именно с этой длиной волны. Раствор из кюветы выливают обратно в мерную колбу и кювету ополаскивают.

Ход работы. Ставят кювету на магнитную мешалку, помещают в нее якорь и надевают датчик оптической плотности. Запускают процесс перемешивания. В кювету мерным цилиндром отбирают 100 мл фонового раствора. Нажав экранную кнопку «Настройка оборудования» настраивают датчик. В окне измерений нажатием на экранную кнопку «Пуск» запускают процесс измерения. Нажимают на кнопку «Выбор» и в появившемся окне изменяют либо подтверждают предложенное значение шага, через который *будет* добавляться реагент. Далее добавляют в раствор из шприца определенный объем запасного раствора определяемого реагента. Начинают добавлять с объема, соответствующего наименьшей цене деления шприца. Если с каждой порцией оптическая плотность увеличивается меньше, чем на 0,05, объем порции увеличивают. После добавления каждой порции нажимают на экранную кнопку «Выбор» и подтверждают либо изменяют объем шага. Так до тех пор, пока не кончится запасный раствор определяемого реагента или оптическая плотность не достигнет значения 1 или другого заданного преподавателем. Останавливают измерение нажатием экранной кнопки «Стоп» и сохраняют результаты нажатием экранной кнопки «Архив».

После этого кювету ополаскивают раствором фоновых реактивов и небольшим количеством пробы. Заливают пробу в кювету и измеряют его оптическую плотность. Результат записывают или вводят в соответствующую графу файла отчета в программе Excel.

Обработка результатов. Открывают полученный файл в программе «Excel». В нем первый столбец – объем раствора

определяемого реагента, второй – оптические плотности при этих объемах. Объем реагента нужно пересчитать в концентрацию. Для этого перед именуемым массивом данных вставляют две строки. В первую ячейку первой строки вводят значение концентрации определяемого реагента в запасном растворе, второй строки – объем фонового раствора. После чего между первым и вторым столбцом вставляют еще два. Получают пустые столбцы: второй и третий (В и С). В столбце В рассчитывают суммарный объем раствора, складывая исходный объем фонового раствора и объем добавленного раствора определяемого реагента. В столбце С рассчитывают концентрацию реагента в полученном растворе, умножая концентрацию реагента в запасном растворе на объем добавленного запасного раствора и деля полученное значение на суммарный объем раствора.

Строят график зависимости концентрации от оптической плотности и аппроксимируют его прямой линией (графически и аналитически). Если какая-то из точек явно выпадает графика, ее отбрасывают. Получившаяся прямая и будет калибровочным графиком.

Определить концентрацию реагента в пробе можно двумя способами: графическим и аналитическим.

При определении графическим способом проводят прямую, параллельную оси абсцисс и начинающуюся в точке с оптической плотностью пробы до ее пересечения с калибровочным графиком. От пересечения проводят прямую вниз перпендикулярно оси абсцисс до пересечения с ней. Точка пересечения соответствует концентрации вещества в пробе.

При аналитическом определении аппроксимируют калибровочный график прямой вида:

$$D = a \cdot C + b.$$

При этом определяются a и b . Подставляют в полученное уравнение величину D в пробе и решают его относительно C :

$$C = (D - b) / a.$$

Отчет. В отчете следует указать, концентрацию какого вещества определяли и какую длину волны для этого выбрали. Нужно также привести расчеты объемов запасных растворов для приготовления фона. В результатах следует дать калибровочный график и привести уравнение калибровочной прямой. Также следует отметить оптическую плотность пробы. В выводе указать концентрацию вещества в пробе.

Возможные вариации. Данную задачу можно решать, используя два датчика оптической плотности. В этом случае датчики оптической плотности подключаются к разъемам № 1 и № 2 и используется сценарий «Титрование с двумя датчиками: Титрование с контролем оптической плотности: ручной ввод шага». Соответственно, получится два калибровочных графика.

4.2.5. Определение концентрации веществ кондуктометрическим методом с использованием нескольких стандартных растворов (1)

Работа выполняется на РМС «Кондуктометрия», «Перегонка» или УРМС.

Задача. Построить калибровочный график для определения концентрации сильного электролита по электропроводности его раствора и определить концентрацию электролита в неизвестном растворе.

Теория. Электропроводность растворов сильных электролитов зависит от их концентрации. До концентрации ~ 0.01 М эта зависимость линейна. Если построить калибровочный график (Рис. 27), то есть взять несколько растворов известной концентрации и измерить их электропроводность, то по нему, зная электропроводность исследуемого раствора, можно определить концентрацию электролита в нем.

Оборудование. Компьютер с измерительным блоком; датчик электропроводности; химический стаканчик на 50 мл; градуированная мерная пипетка на 2 мл, мерные колбы на 50 мл.

Реактивы. Раствор любого сильного электролита с концентрацией 0.1М; раствор того же электролита неизвестной концентрации (до 5 мМ).

План работы. Готовят серию растворов с концентрациями 0, 1, 2, 3, 4, 5 мМ. Измеряют электропроводность в каждом из них. Строят калибровочный график. Измеряют электропроводность в пробе. Используя калибровочный график, рассчитывают концентрацию вещества в пробе.

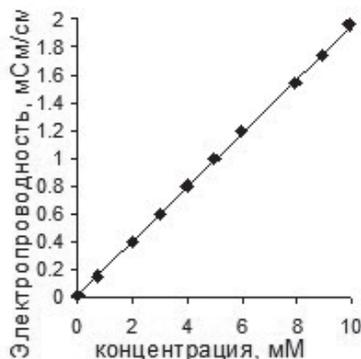


Рис. 27. Пример калибровочного графика для определения концентрации сильного электролита по электропроводности раствора

Подготовка измерительной системы. Датчик электропроводности подключают к первому разъему компьютерного измерительного блока. Переключают датчик на диапазон 0–1 мСм/см. В меню программы «L-Химия – практикум» выбирают пункт «PMS “Кондуктометрия”»: Определение концентрации кондуктометрическим методом: диапазон 0–1 мСм/см». Сценарий работает в режиме ручного ввода абсциссы.

Ход работы. В четыре мерных колбы на 50 мл отбирают, соответственно, 0,5, 1, 1,5, 2 и 2,5 мл запасного раствора электролита 0,1 М. В каждой колбе объем раствора доводят водой до метки. Затыкают каждую колбу пробкой и перемешивают ее содержимое, опрокидывая не менее 15 раз. В стаканчик наливают дистиллированную воду и погружают щуп датчика электропроводности. Нажатием на экранную кнопку «Пуск» запускают процесс измерения и нажатием на экранную кнопку «Выбор» вызывают окно ввода абсциссы. В него вводят значение концентрации (в данном случае – 0) и нажимают клавишу Enter. Стаканчик и щуп ополаскивают небольшим количеством первого раствора. После этого наливают первый раствор в стакан и погружают щуп датчика электропроводности в него. Процедуру ввода значения концентрации и электропроводности при этой концентрации повторяют. И так для всех остальных растворов. Останавливают измерение нажатием экранной кнопки «Стоп» и сохраняют результаты нажатием экранной кнопки «Архив». Стаканчик и щуп промывают дистиллированной водой.

Раствором неизвестной концентрации ополаскивают щуп и стаканчик. После чего наливают неизвестный раствор в стаканчик, погружают в щуп и считывают значение электропроводности в соответствующем окне на экране. Значение записывают.

Обработка результатов. Открывают файл с полученными результатами. В нем первый столбец – концентрации, второй – электропроводность при этих концентрациях. Строят график зависимости концентрации от электропроводности и аппроксимируют его прямой линией (графически и аналитически). Если какая-то из точек явно выпадает графика, ее отбрасывают, либо еще раз готовят соответствующий раствор и перемеряют его электропроводность. Получившаяся прямая и будет калибровочным графиком.

Определить концентрацию реагента в пробе можно двумя способами: графическим и аналитическим.

При определении графическим способом проводят прямую, параллельную оси абсцисс и начинающуюся в точке с электропроводностью пробы до ее пересечения с калибровочным графиком. От

пересечения проводят прямую вниз перпендикулярно оси абсцисс до пересечения с ней. Точка пересечения соответствует концентрации вещества в пробе.

При аналитическом определении аппроксимируют калибровочный график прямой вида:

$$\kappa = a \cdot C + b.$$

При этом определяются a и b . Подставляют в полученное уравнение величину в пробе и решают его относительно C :

$$C = (\kappa - b) / a.$$

Отчет. В отчете следует указать, концентрацию какого вещества определяли. В результатах следует дать калибровочный график и привести уравнение калибровочной прямой. Также следует отметить электропроводность пробы. В выводе указать концентрацию вещества в пробе.

Контрольные вопросы

1. Можно ли строить калибровочный график, измеряя электропроводность от большей концентрации к меньшей?
2. Зачем при каждом измерении ополаскивать щуп и стаканчик исследуемым раствором?
3. Почему нельзя ополаскивать их дистиллированной водой?
4. Можно ли этим методом определить концентрацию раствора 0.02М, и какие изменения нужно внести в ход работы?
5. Можно ли этим методом определить концентрацию NaCl в отсутствии других растворенных веществ?
6. При каких условиях можно определить этим методом концентрацию NaCl в растворе, в котором растворены и другие соли?

4.2.6. Определение концентрации веществ кондуктометрическим методом

с использованием одного стандартного раствора

Работа выполняется на РМС «Кондуктометрия» или УРМС.

Задача. Построить градуировочный график для определения концентрации сильного электролита по электропроводности его раствора и определить концентрацию электролита в пробе. В отличие от предыдущей задачи, калибровочный график будет строиться с использованием одного раствора.

Теория. См. теорию к работе 4.2.5. В данной работе серию растворов разной концентрации можно получать, добавляя запасный

раствор в дистиллированную воду и измеряя оптическую плотность после каждого добавления.

Оборудование. Компьютер с измерительным блоком; датчик электропроводности; датчик объема жидкого реагента со шприцом на 10 мл; химический стакан на 100 мл; химический штатив.

Реактивы. Запасной раствор любого сильного электролита с концентрацией 0.1М; раствор того же электролита неизвестной концентрации (до 5мМ).

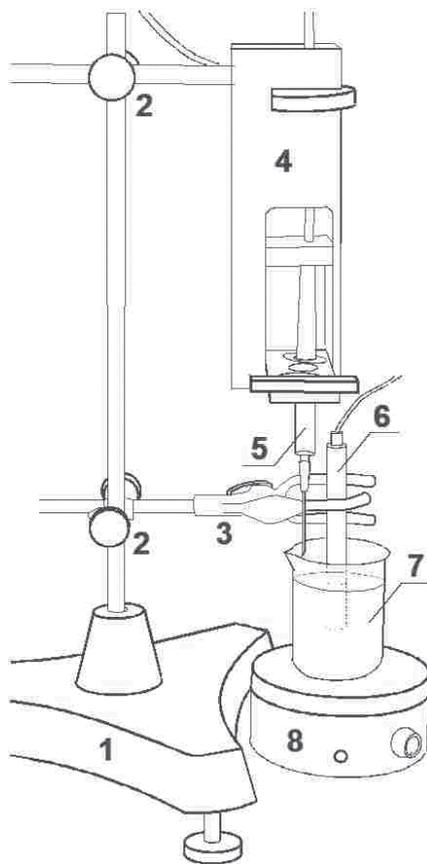


Рис. 28. Установка для кондуктометрического титрования с датчиком объема жидкого реагента: 1 – штатив; 2 – муфты; 3 – лапка; 4 – датчик объема жидкого реагента; 5 – шприц; 6 – датчик электропроводности; 7 – стакан химический; 8 – магнитная мешалка

План работы. В дистиллированную воду добавляют запасной раствор определяемого вещества и после каждого добавления замеряют его электропроводность. Строят калибровочный график. Измеряют электропроводность в пробе. Используя калибровочный график, рассчитывают концентрацию вещества в пробе.

Подготовка измерительной системы к работе. Закрепляют в штативе датчик объема жидкого реагента и датчик электропроводности. Переключают датчик электропроводности на диапазон 0–1 мСм/см. Подключают датчик электропроводности к первому разъему компьютерного измерительного блока, датчик объема жидкого реагента – ко второму. В меню программы «L-Химия – практикум» выбирают пункт «Титрование: Титрование с одним датчиком: Кондуктометрическое титрование (диапазон 0–1 мСм/см): Автоматическое определение объема титранта». Сценарий работает в режиме записи отдельных

точек. Выходят в окно запуска эксперимента. В нем нажимают кнопку «Настройка оборудования» и в появившемся окне вводят объем, указанный на шкале шприца и ее длину. После чего переходят в окно измерений.

Ход работы. Ставят на магнитную мешалку химической стакан. Мерной колбой или цилиндром на 100 мл наливают в него 10 мл дистиллированной воды. Погружают в него датчик электропроводности, заполняют шприц запасным раствором электролита и снаряжают им датчик объема жидкого. Когда датчик объема жидкого реагента готов к работе и толкатель уперся в поршень, запускают измерение нажатием на экранную кнопку «Пуск». После чего нажатием экранной кнопки «Выбор» вводят в компьютер значение электропроводности до добавления раствора. Далее добавляют 0,5 мл раствора электролита и нажатием экранной кнопки «Выбор» фиксируют значение электропроводности при этом объеме. И так, пока не выйдет 6 мл раствора электролита. Останавливают измерение нажатием экранной кнопки «Стоп» и сохраняют результаты нажатием экранной кнопки «Архив».

После построения калибровочного графика шуп и стаканчик ополаскивают небольшим объемом пробы, наливают в него пробу, замеряют ее электропроводность. Записывают значение электропроводности или вводят ее в соответствующую графу файла отчета.

Обработка результатов. Открывают файл с полученными результатами. В нем первый столбец (А) – объем электролита, второй (В) – электропроводность при этих объемах. Для построения калибровочного графика нужно пересчитать объем добавленного электролита в его концентрацию в получившемся растворе. Для этого после столбца объемов нужно добавить еще два столбца. В одном из них рассчитывают объем раствора как сумму исходного объема и объема добавленного электролита (объемы считать аддитивными). В другом – концентрацию электролита по формуле $C = C_0 \cdot V_c / V_{p-ра}$, где C_0 – концентрация электролита в запасном растворе, V_c – его объем, $V_{p-ра}$ – объем полученного раствора.

Строят график зависимости концентрации электролита от электропроводности и аппроксимируют его прямой линией (графически и аналитически). Если какая-то из точек явно выпадает графика, ее отбрасывают, либо еще раз готовят соответствующий раствор и перемеряют его электропроводность. Получившаяся прямая и будет калибровочным графиком.

Определить концентрацию реагента в пробе можно двумя способами: графическим и аналитическим.

При определении графическим способом проводят прямую, параллельную оси абсцисс и начинающуюся в точке с электропроводностью пробы до ее пересечения с калибровочным графиком. От пересечения проводят прямую вниз перпендикулярно оси абсцисс до пересечения с ней. Точка пересечения соответствует концентрации вещества в пробе.

При аналитическом определении аппроксимируют калибровочный график прямой вида:

$$\kappa = a \cdot C + b.$$

При этом определяют a и b . Подставляют в полученное уравнение величину κ в пробе и решают его относительно C :

$$C = (\kappa - b) / a.$$

Отчет. В отчете следует указать, концентрацию какого вещества определяли. В результатах следует дать калибровочный график и привести уравнение калибровочной прямой. Также следует отметить электропроводность пробы. В выводе указать концентрацию вещества в пробе.

Возможные вариации. Проводить этот опыт с термостатированием, поскольку электропроводность раствора зависит от температуры. Для этого потребуется внутренний термостат и кювета вместо химического стакана и бюретка вместо датчика объема жидкого реагента. Термостат подключают к разъемам № 2 и № 3. Также следует использовать программный сценарий «PMS «Кондуктометрия»: Кондуктометрическое титрование с термостатированием».

Контрольные вопросы.

1. Какие погрешности возникают при отборе 100 мл воды при помощи мерной колбы?
2. Какой программный сценарий следует использовать, если вместо датчика объема жидкого реагента брать бюретку?
3. Почему, хотя предполагается определять концентрацию электролита до 5 мМ, при построении калибровочного графика добавляют 6 мл запасного раствора?

4.2.7. Определение температуры плавления кристаллогидратов и изучение пересыщенных растворов

Работа выполняется на РМС «Кондуктометрия» или УРМС.

Задача. Определить температуру плавления кристаллогидрата; получить и закристаллизовать пересыщенный раствор и определить изменение температуры при кристаллизации.

Теория. В состав кристаллов многих ионных соединений (кислот, оснований, солей) входит вода, молекулы которой упорядоченно расположены в кристаллической решетке. Такие кристаллы называются кристаллогидратами. Молекулы воды в кристаллогидрате как правило, окружают ионы (чаще всего катионы). При образовании кристаллогидратов из водных растворов ионы встраиваются в кристаллическую решетку вместе со своей гидратной оболочкой. При нагревании вода высвобождается. Если это происходит при температуре ниже температуры кипения воды, а растворимость ионного соединения достаточно велика, оно растворяется в выделившейся кристаллизационной воде. Такой процесс называется плавлением кристаллогидрата. В процессе плавления температура не изменяется. Также не изменяется она в процессе обратной кристаллизации. Если кристаллогидрат расплавили в чистой пробирке, он может при охлаждении образовать пересыщенный раствор, то есть остаться в жидком состоянии при температуре ниже температуры плавления. Если внести в такой раствор затравку, например, твердый кристалл вещества, кристаллогидрат довольно резко закристаллизуется, причем температура его изменится.

План работы. Нагревают кристаллогидрат на водяной бане и записывают зависимость температуры от времени. Когда оно полностью расплавится, баню извлекают и оставляют его охлаждаться, продолжая записывать зависимость температуры от времени. Если при охлаждении кристаллогидрата до комнатной температуры он не закристаллизуется, бросают в расплав два-три кристаллика кристаллогидрата и продолжают записывать зависимость температуры от времени.

Оборудование. Компьютер с измерительным блоком, термостабилизирующее устройство с блоком питания, датчик температуры 0–100 °С, кювета, магнитная мешалка, пробирка, шприц на 10 мл.

Реактивы. Кристаллогидрат, плавление которого требуется изучить. В качестве такого кристаллогидрата подойдут $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Подготовка измерительной системы. К первому разъему измерительного блока подключают датчик температуры, к управляющему разъему – термостатирующее устройство. Последнее подключают также к блоку питания. Насыпают в пробирку кристаллогидрат на 4–5 см по высоте. Собирают установку (Рис. 29). Датчик температуры должен быть погружен в кристаллогидрат почти до дна пробирки, но не касаться ее стенок. В меню программы «Л-Химия – практикум», выбирают пункт «PMS “Кондуктометрия”»: Определение температуры плавления легкоплавкого вещества). Выходят в окно запуска эксперимента. Нажимают экранную кнопку

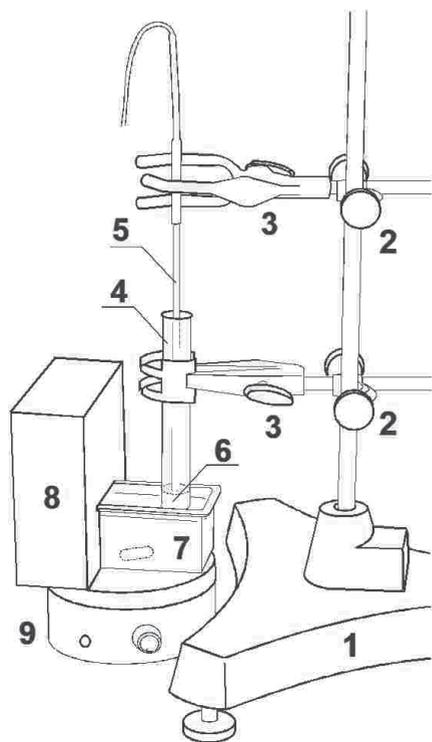


Рис. 29. Установка для определения температуры плавления кристаллогидрата с использованием термостата.

- 1 – штатив; 2 – муфты; 3 – лапки;
- 4 – пробирка; 5 – датчик температуры;
- 6 – кристаллогидрат; 7 – кювета;
- 8 – термостат; 9 – магнитная мешалка

«Настройка оборудования» и выставляют диапазон температур в термостате 30–70 °С.

Ход работы. Нажатием на экранную кнопку «Пуск» запускают нагревание и измерение температуры (термостат может включиться не сразу). Наблюдают изменение температуры в процессе плавления кристаллогидрата. Когда кристаллогидрат полностью расплавится, отключают термостат нажатием кнопки выключения на блоке питания. Снимают термостат с кюветы, выдвигают из-под нее магнитную мешалку, убирают кювету с водой, оставив расплав остывать на воздухе. Когда температура упадет до 22–30 °С, если вещество не закристаллизовалось, в пробирку вносят кристаллик кристаллогидрата. Наблюдают кристаллизацию вещества и следят за ходом температуры. Когда температура начнет снова падать, останавливают процесс измерений нажатием на экранную кнопку «Стоп» и сохраняют

результаты нажатием экранной кнопки «Архив». Эксперимент желательно повторить, не меняя содержимое пробирки. Обработка результатов. Открывают полученный файл. В нем первый столбец – время, второй – температура в пробирке с кристаллогидратом, третий – температура в среде, в которую погружено термостатирующее устройство. Строят зависимость температуры в пробирке с кристаллогидратом от времени. Плато на ней соответствует температуре плавления (застывания) кристаллогидрата. Сравнивают их.

Отчет. В отчете должна быть приведена кривая зависимости температуры от времени эксперимента с указанием основных этапов (нагревание, плавление, охлаждение, кристаллизация). Также должна быть указана температура плавления кристаллогидрата.

Контрольные вопросы

1. Какой знак имеет тепловой эффект процесса плавления кристаллогидрата?
2. Его кристаллизации из насыщенного раствора?
3. В каком случае тепловой эффект растворения больше: если растворяется безводная соль или соответствующий кристаллогидрат?
4. Почему пробирка должна быть чистой?

Литература

1. Кобякова И.А., Филиппова Е.Б., Дикая Н.Н., Щербаков В.В., Кольцова Э.М. Виртуальный лабораторный практикум по общей химии: для студентов I курса: электронное учебное пособие. – Регистрац. свид-во № 33684 – ФГУП НТЦ «ИНФОРМРЕГИСТР», номер гос. рег-ции обязат. экз. эл. изд-ия – 0321304386, 01.11.2013.
2. Общая химия. Лабораторный практикум: учебное пособие / Н.В. Коровин, В.К. Камышова, Е.Я. Удрис; под общ. ред. Н.В. Коровина. – М.: КНОРУС, 2015. – 336 с. – (Бакалавриат).
3. Суплатова Е.А., Филиппова Е.Б. Разработка виртуального лабораторного практикума по неорганической химии «химические свойства элементов групп Ia, IIa, IIIa, IVa и их соединений». Успехи в химии и химической технологии. – Т. XXVIII. – 2014. – № 1.
4. www.учебнаятехника.рф.

Содержание

Введение	3
1. Стандартное цифровое оборудование рабочего места в составе УРМС	5
2. Общая характеристика рабочих мест студентов	8
3. Характеристика цифровых датчиков в составе УРМС	19
4. Задачи практикума	27
4.1. Разделение смесей и очистка веществ	27
4.2. Растворы и кристаллогидраты	33
Литература	51

Учебное издание

Эстрин Эрнест Романович, канд. пед. наук, доцент, заведующий
учебной лабораторией химии природной среды РГГМУ

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ХИМИИ ДЛЯ СТУДЕНТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УРМС

Часть 1. Общая химия

Учебно-методическое пособие для студентов нехимических специальностей

*Начальник РИО А.В. Ляхтейнен
Редактор Л.Ю. Кладова
Верстка М.В. Ивановой*

Подписано в печать 30.12.2019. Формат 60×90 1/16. Гарнитура Times New Roman.
Печать цифровая. Усл. печ. л. 3,25. Тираж 50 экз. Заказ № 956.
РГГМУ, 192007, Санкт-Петербург, Воронежская ул., 79.
