



МЧС РОССИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«УРАЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ГОСУДАРСТВЕННОЙ ПРОТИВОПОЖАРНОЙ
СЛУЖБЫ МИНИСТЕРСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДЕЛАМ
ГРАЖДАНСКОЙ ОБОРОНЫ, ЧРЕЗВЫЧАЙНЫМ СИТУАЦИЯМ И
ЛИКВИДАЦИИ ПОСЛЕДСТВИЙ СТИХИЙНЫХ БЕДСТВИЙ»

Кафедра химии и процессов горения

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Методические указания к лабораторным работам
Специальность 40.05.03 Судебная экспертиза

Екатеринбург

2022

Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : методические указания к лабораторным работам. Специальность 40.05.03 Судебная экспертиза. / сост. А.В. Кокшаров, Т.В. Якубова. – Екатеринбург: Уральский институт ГПС МЧС России, 2022. – 16 с.

Авторы-составители: Кокшаров А.В., начальник кафедры химии и процессов горения Уральского института ГПС МЧС России, кандидат химических наук, доцент;

Якубова Т.В., доцент кафедры химии и процессов горения Уральского института ГПС МЧС России, к.х.н.

Методические указания к лабораторным работам разработаны для студентов третьего курса в соответствии с рабочей учебной программой по дисциплине «физико-химические методы анализа» (специальность 40.05.03 Судебная экспертиза). Пособие содержит инструкцию по технике безопасности при работе в лаборатории, руководство по выполнению лабораторных работ и оформлению отчетов.

СОДЕРЖАНИЕ

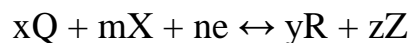
Инструкция по технике безопасности при работе в лаборатории	4
<i>Лабораторная работа №1. Определение концентрации серной кислоты в присутствии сульфатов потенциометрическим титрованием</i>	<i>5</i>
<i>Лабораторная работа № 2.....</i>	<i>7</i>
Кондуктометрическое определение содержания: пенообразователя в рабочем растворе для получения пены и хлорида натрия в физрастворе	7
<i>Лабораторная работа № 3</i>	<i>9</i>
Определение содержания уксусной кислоты в столовом уксусе и серной кислоты в электролите с помощью метода кондуктометрического титрования..	9
<i>Лабораторная работа № 4</i>	<i>11</i>
«Рефрактометрическое определение содержания изопропилового спирта в незамерзающей жидкости и в дезинфицирующем растворе, а также определение содержания хлорида натрия в физрастворе	11
<i>Лабораторная работа № 5</i>	<i>13</i>
Исследование состава чернил с помощью хроматографии	13
<i>Лабораторная работа № 6</i>	<i>14</i>
Определение содержания йодата калия (KIO_3)	14
в пищевой йодированной соли.....	14

Инструкция по технике безопасности при работе в лаборатории

1. Работать одному в лаборатории запрещается. Приступать к работе можно только в присутствии преподавателя.
2. Во время работы в лаборатории соблюдайте тишину, чистоту и порядок на своем рабочем месте. Нельзя отвлекаться от работы и отвлекать других студентов.
3. Запрещается держать на лабораторном столе портфель, сумку и другие посторонние предметы. Для них должно быть отведено специальное место.
4. В лаборатории запрещается пить воду, принимать и хранить пищу, курить.
5. Прежде чем взять необходимое количество вещества, внимательно прочитайте надпись на этикетке лабораторной посуды, в которой содержится вещество. Сыпучие реактивы отбирайте только сухим шпателем или специальной ложкой.
6. Нельзя наглухо закрывать приборы для проведения реакций, нагревания растворов и перегонки жидкостей, так как это может привести к взрыву.
7. Не наклоняйтесь близко к прибору, в котором идет реакция, нагревание или перемешивание химических веществ.
8. Запрещается выливать в раковины остатки кислот и щелочей, огнеопасных и ядовитых, плохо смываемых и сильно пахнущих жидкостей. Для этого в вытяжном шкафу или около раковины должна стоять специальная емкость, хорошо закрываемая и небьющаяся (например, пластмассовая).
9. Не разрешается бросать в раковины бумагу, вату, стекло от разбитой химической посуды.
10. Запрещается пробовать химические вещества на вкус, всасывать ртом любые жидкие вещества в пипетки. При исследовании запаха жидкости следует осторожно направлять к себе ее пары легким движением руки.
14. После окончания лабораторной работы необходимо убрать рабочее место.

Лабораторная работа №1. Определение концентрации серной кислоты в присутствии сульфатов потенциометрическим титрованием

Потенциометрические определения основаны на использовании зависимости электродвижущей силы ячейки, составленной из индикаторного электрода и электрода сравнения, от концентрации (активности) определяемого вещества в анализируемом растворе, входящего в состав окислительно-восстановительной (ОВ) системы. В общем случае ОВ-реакцию можно выразить уравнением:



где Q и R - компоненты ОВ-реакции;

X и Z вещества, участвующие в процессе (в большинстве случаев - ионы водорода и вода);

x, m, n, y, z стехиометрические коэффициенты.

Уравнение электродного потенциала этой реакции

$$\varphi = \varphi^0 + \frac{R * T}{n * F} * \ln(a_Q^x * a_X^m * a_R^y * a_Z^z)$$

Если в ОВ – реакции участвует ион водорода, то потенциал электрода зависит и от величины рН раствора. При этом ОВ-система, определяющая потенциал электрода, может состоять как из компонентов, находящихся в растворе, так и возникать при погружении индикаторного электрода в раствор.

Таким является используемый в настоящей работе стеклянный (мембранный) электрод, потенциал которого устанавливается в результате обмена наружной поверхностью его стеклянного шарика ионов натрия на ионы водорода анализируемого раствора. В диапазоне рН = 1-12 потенциал стеклянного электрода является линейной функцией величины рН и не зависит от присутствия в растворе окислителей или восстановителей.

При потенциометрическом титровании кислоты (щелочи) конец титрования определяют по резкому изменению потенциала стеклянного (индикаторного) электрода вблизи точки эквивалентности, когда скачкообразно изменяется величина рН анализируемого раствора. Изменение рН раствора в процессе титрования фиксируется относительно электрода сравнения высокоомным потенциометром (рН-метром), а точка эквивалентности определяется графическим или расчетным способом.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Приборы и реактивы, необходимые для анализа:

- 1) иономер типа «Экотест» с электродами типа ЭВЛ (электрод сравнения) и ЭСЛ (рабочий электрод);
- 2) магнитная мешалка типа ММ-1;
- 3) бюретка вместимостью 50 см³;

- 4) набор пипеток (1, 2, 5, 10, 15, 25 см³);
- 5) химические стаканы для титрования вместимостью 100 см³
- 6) стандартный раствор едкого натра, титрованный 0,1 н;
- 7) растворы сульфатов железа (III), меди, цинка, никеля с концентрацией каждого 4–5 г/см³;
- 8) раствор серной кислоты с ориентировочной концентрацией 10-20 г/дм³.

ХОД РАБОТЫ

1) включить иономер, для чего вначале нажать на нем кнопки «0, t », «-1 +14», после чего включить тумблер «сеть». На панели прибора должен загореться индикатор;

2) заполнить бюретку стандартным раствором едкого натра;

3) рассчитать аликвоту анализируемого раствора V, см³,

$$V = 10 \cdot T \cdot 1000 / C_1,$$

где T - титр раствора едкого натра по серной кислоте, г/см³;

C₁ - ориентировочная концентрация серной кислоты в анализируемом растворе, г/дм³. Результат расчета округлить в большую сторону до значения, кратного 5 см³;

4) поместить в стакан вместимостью 200 см³ стержень для перемешивания раствора, отобрать пипеткой в тот же стакан расчетную аликвоту и разбавить ее водой так, чтобы обеспечить погружение электродов в раствор на 15-20 мм. Удалить железное кольцо с магнитной мешалки и установить в стакан датчик иономера со стеклянным капилляром подачи титранта. Включить магнитную мешалку и установить регулятором «обороты» такую интенсивность перемешивания раствора, чтобы электроды при этом не обнажались;

5) на иономере нажать кнопку «pH»;

6) произвести титрование с фиксацией значений pH для данного объема титранта;

7) по результатам титрования построить график в координатах «использованный объем едкого натра, см³-pH раствора». По графику определить значение pH раствора в точке эквивалентности, методом трех касательных;

8) трижды (с новыми аликвотами) оттитровать анализируемый раствор в установленном оптимальном режиме и рассчитать концентрацию кислоты C₂, г/дм³, по формуле

$$C_2 = V_{\text{ср}} \cdot T \cdot 1000 / V,$$

где V_{ср} - среднеарифметический расход титранта, см³;

Отчет включает в себя следующие разделы: теоретическая часть, цель работы, схема титрования, результаты измерений, график кривой титрования, расчет концентрации исследуемой кислоты, выводы.

Лабораторная работа № 2.

Кондуктометрическое определение содержания: пенообразователя в рабочем растворе для получения пены и хлорида натрия в физрастворе

Кондуктометрический метод анализа основан на зависимости электропроводности раствора от концентрации вещества.

Чаще всего для установления содержания вещества используют градуировочный график, который строится по значениям электропроводности стандартных растворов анализируемого вещества.

В данной лабораторной работе обучаемым необходимо определить содержание NaCl в физрастворе и объёмную концентрацию пенообразователя в рабочем растворе.

Порядок выполнения работы.

Обучаемые получают у преподавателя задание, представляющее собой медицинский препарат – физраствор и раствор пенообразователя ПО-6РЗ с неизвестной концентрацией, которую необходимо определить.

1. Определение содержания хлорида натрия.

Определение содержания хлорида натрия будет производиться с использованием градуировочного графика.

Для этого необходимо приготовить серию стандартных растворов методом точных навесок. Величину навески необходимо выбрать самостоятельно, ориентируясь на то, что содержание хлорида натрия в физрастворе составляет 0,9%. График должен быть построен не менее чем по пяти точкам.

Приготовление стандартных растворов осуществляется в мерных колбах на 50,0 мл. Результаты измерения электропроводности растворов заносятся в таблицу. После строится градуировочный график, по которому определяется содержание хлорида натрия в пробе.

2. Определение концентрации пенообразователя в рабочем растворе для приготовления пены.

Концентрация, как и в первом случае, определяется с использованием градуировочного графика. Для его построения необходимо приготовить серию стандартных растворов методом последовательного разбавления.

В мерную колбу на 200,0 мл необходимо внести с помощью пипетки Мора 20 мл концентрированного раствора пенообразователя, затем объём раствора довести до риски дистиллированной водой. Таким образом, получено 200,0 мл раствора пенообразователя с точно известной концентрацией. Значение данной концентрации обучаемые рассчитывают самостоятельно.

Затем, методом разбавления, необходимо приготовить 4-е раствора с меньшей концентрацией пенообразователя.

Для этого из колбы на 200,0 мл с помощью пипетки Мора переносится в первую мерную колбу на 50 мл 10 мл раствора, во вторую – 20 мл, в третью – 30 мл, в четвёртую – 40 мл. Объём во всех колбах доводится до риски. Таким

образом, получены 4-е колбы с точной концентрацией пенообразователя, которую обучающиеся вычисляют самостоятельно.

Далее измеряется электропроводность стандартных растворов и пробы. Измерения проводят в порядке увеличения или уменьшения концентрации стандартных растворов.

Построить график зависимости электропроводности κ от концентрации $C, \%$.

С помощью данного графика, зная электропроводность анализируемого раствора, определить его концентрацию.

Требования к содержанию и оформлению

В отчёте по лабораторной работе приводится:

1. Название работы и её цель.
2. Перечень оборудования и материалов.
3. Расчёт концентрации серии стандартных растворов.
4. Методика проведения анализа.
5. Результаты измерений в численной и графической форме.
6. Расчёт процентного содержания пенообразователя и хлорида натрия в анализируемых растворах.
7. Расчёт абсолютной и относительной погрешности.
8. Вывод.

Лабораторная работа № 3

Определение содержания уксусной кислоты в столовом уксусе и серной кислоты в электролите с помощью метода кондуктометрического титрования

Метод кондуктометрического титрования основан на получении зависимости электропроводности раствора в зависимости от количества, добавленного титранта. По излому на графике определяется объём титранта, необходимого для достижения точки эквивалентности. Затем расчётным путём определяют содержание анализируемого вещества.

Порядок выполнения работы.

Обучаемые получают у преподавателя задание, представляющее собой точную электролит и столовый уксус с неизвестной концентрацией, которую необходимо определить.

1. Определение содержания уксусной кислоты в столовом уксусе.

1. Рассчитать примерную навеску столового уксуса для которой на титрование должно расходоваться примерно 25 мл 0,100 Н раствора гидроксида калия.

2. Взвесить образец столового уксуса на аналитических весах. Записать вес.

3. Растворить образец столового уксуса в стакане на 100 мл, добавив воды столько, чтобы были полностью закрыты электроды, кондуктометрической ячейки. Поместить на магнитную мешалку, опустить в стакан якорёк и включить перемешивание.

4. Приготовить стандартный раствор гидроксида калия с концентрацией 0,1000 Н способом, указанным преподавателем.

5. Промыть бюретку титрантом с целью удаления из нее капель воды. Закрепить её в штативе. Залить раствор щелочи в бюретку. Выпустить воздух из «носика» бюретки. Добавить раствор щелочи в бюретку, выставить уровень раствора до отметки «0».

6. Включить кондуктометр. Записать текущие показания электропроводности.

7. Затем необходимо добавлять по 2 мл титранта-щелочи в раствор уксусной кислоты. Давать выдержку примерно 30 с до полного перемешивания и записать значение электропроводности. Повторить измерения 20-25 раз. Полученные данные занести в таблицу.

8. Построить зависимость удельной электропроводности от объема щелочи, по графику найти точку перегиба, $V_{\text{экв}}$, мл;

9. Рассчитать массу уксусной кислоты в изучаемой пробе. Рассчитать массовый процент уксусной кислоты и сравнить со значением содержания уксусной кислоты на бутылке.

10. Сделать вывод о соответствии концентрации уксусной кислоты в бутылке, заявленной

2. Определение массы щавелевой кислоты в образце.

Определение серной кислоты в электролите производится по методике аналогичной для определения уксусной кислоты в столовом уксусе.

Требования к содержанию и оформлению

В отчёте по лабораторной работе приводится:

1. Название работы и её цель.
2. Перечень оборудования и материалов.
3. Расчёт примерной навески столового уксуса и электролита.
4. Расчёты, необходимые для приготовления стандартного раствора щёлочи. (При использовании фиксаля приводится методика приготовления раствора)
5. Методика проведения анализа.
6. Результаты измерений в табличной и графической форме.
7. Расчёт процентного содержания уксусной кислоты и серной кислоты в анализируемых образцах.
8. Вывод.

Лабораторная работа № 4

«Рефрактометрическое определение содержания изопропилового спирта в незамерзающей жидкости и в дезинфицирующем растворе, а также определение содержания хлорида натрия в физрастворе»

Рефрактометрический метод анализа основан на зависимости показателя преломления света раствора от концентрации вещества.

Установить содержание вещества можно по градуировочному графику, который строится по значениям показателя светопреломления стандартных растворов анализируемого вещества.

В данной лабораторной работе обучаемым необходимо проверить соответствие содержания основных компонентов в незамерзающей жидкости для обмывания лобового стекла автомобиля, в дезинфицирующем растворе и в физрастворе, используя рефрактометрический метод анализа.

Порядок выполнения работы.

Обучаемые получают от преподавателя задание, представляющее емкость с незамерзающей жидкостью для обмывания лобового стекла автомобиля, флакон с антисептиком на основе изопропилового спирта и физраствор.

1. Определение содержания изопропилового спирта (ИПС) в незамерзающей жидкости и антисептике.

Определение содержания ИПСа будет производиться с использованием градуировочного графика.

Для этого необходимо приготовить серию стандартных растворов методом последовательного разбавления. Концентрации стандартных растворов необходимо взять в диапазоне от 0 до 50 ‰. График должен быть построен не менее чем по пяти точкам.

Приготовление стандартных растворов осуществляется в мерных колбах на 25,0 мл. Результаты измерения коэффициента светопреломления растворов заносятся в таблицу. После строится градуировочный график, по которому определяется содержание ИПСа в пробе.

2. Определение концентрации хлорида натрия в физрастворе.

Определение содержания хлорида натрия будет производиться с использованием градуировочного графика.

Для этого необходимо приготовить серию стандартных растворов методом точных навесок. Величину навески необходимо выбрать самостоятельно, ориентируясь на то, что концентрация в препарате составляет 9 г/л. График должен быть построен не менее чем по пяти точкам.

Приготовление стандартных растворов осуществляется в мерных колбах на 50,0 мл. Результаты измерения коэффициента светопреломления растворов заносятся в таблицу. После строится градуировочный график, по которому определяется масса хлорида натрия в пробе.

Требования к содержанию и оформлению

В отчёте по лабораторной работе приводится:

1. Название работы и её цель.
2. Перечень оборудования и материалов.
3. Расчёт концентрации серии стандартных растворов.
4. Методика проведения анализа.
5. Результаты измерений в численной и графической форме.
6. Расчёт процентного содержания ИПСа и хлорида натрия в анализируемых растворах.
7. Вывод о соответствии заявленной производителем концентрации веществ реально измеренной в ходе проведения исследования.

Лабораторная работа № 5

Исследование состава чернил с помощью хроматографии

Хроматографические методы позволяют определить качественный и количественный состав органических веществ.

В состав чернил в шариковой ручке входит порядка 50 процентов красителя. Для получения определённых оттенков используют смеси красителей. Такой объект является удобным для изучения хроматографических методов анализа благодаря цвету, в результате процесс разделения компонентов можно наблюдать визуально.

Если вещества бесцветные, то при использовании хроматографических пластин с флуоресцентным красителем позволяет увидеть тени веществ в ультрафиолете. Также бесцветные соединения можно проявить в йодной камере или с помощью индикаторов.

В данной лабораторной работе необходимо будет определить количество компонентов в чернилах, подобрать методику для хроматографирования, разделить компоненты.

Порядок выполнения качественного анализа

Качественный анализ выполняется с помощью тонкослойной хроматографии на пластинах Sorbfil ПТСХ-АФ-А.

Получить у преподавателя образцы для исследования, химическую посуду, ультрафиолетовую лампу, набор растворителей.

Образцы для исследования представляют собой кусок бумаги с надписями.

Образец чернил необходимо смыть с небольшого кусочка текста 1 см², который необходимо отрезать от бумаги, поместить в пенициллиновый флакон и добавить несколько капель растворителя.

Затем необходимо «вытянуть» стеклянный капилляр. Отломить кончик, забрать раствор и нанести на хроматографическую пластину.

Нанесение образца, элюирование и обработку результатов необходимо произвести по ГОСТу 28366-89 Метод тонкослойной хроматографии.

Выделение индивидуальных компонентов чернил

Выделение индивидуальных компонентов осуществляется с помощью колоночной хроматографии в системе растворителей, обеспечивающей максимальную селективность разделения.

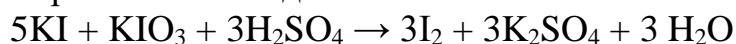
Для этого необходимо колонку закрепить в штативе. В нижнюю часть поместить кусок ваты, чтобы не дать силикагелю пройти через колонку. Приготовить систему растворителей

Лабораторная работа № 6
Определение содержания йодата калия (KIO₃)
в пищевой йодированной соли

Метод определения содержания йодата калия на измерении светопоглощения окрашенного раствора.

Окрашенную формулу получают следующим образом:

При добавлении йодистого калия в кислой среде йодат калия восстанавливается с образованием йода.



При добавлении крахмала в раствор появляется синее окрашивание.

Величина светопоглощения раствора линейно связана с концентрацией вещества, что позволяет установить её численное значение. В данном анализе для установления концентрации предлагается использовать градуировочный график.

Объект исследования.

Объектом исследования является пищевая йодированная соль.

Содержание йодата калия составляет 40 мкг/г. Основным компонентом является хлорид натрия NaCl.

Порядок выполнения анализа.

Приготовление стандартных растворов йодата калия. Поскольку содержание определяемого компонента является очень низким, поэтому серию стандартных растворов приготовить необходимо методом последовательного разбавления.

Для этого необходимо взять точную навеску KIO₃ порядка 10 мг. После перенести в мерную колбу на 200,0 мл. Растворить и объём довести до риски. После аликвоту объёмом 10,00 мл перенести в мерную колбу на 250,0 мл и объём довести до риски. После перенести в мерные колбы на 50 мл аликвоты: 1 колба – 10 мл, вторая – 20 мл, 3 колба 30 мл.

Затем в каждую колбу добавить по 5 мл раствора KI с концентрацией 1 г/л и по 10 мл 1% раствора серной кислоты. Добавить крахмал. Должно наблюдаться ярко-синее окрашивание. После объём довести до риски.

Обучаемым необходим будет рассчитать концентрацию йодата калия в каждой колбе.

Приготовление пробы. Для проведения анализа необходимо взять точную навеску пищевой соли массой порядка четырёх грамм. Перенести в мерную колбу на 200,0 мл, добавить примерно 2/3 от общего объёма воды и добиться полного растворения соли. После, как описано выше, добавить 5 мл раствора KI с концентрацией 1 г/л и 20 мл 1% раствора серной кислоты и крахмал. Должно наблюдаться синее окрашивание.

Измерение оптической плотности.

Прежде чем приступить к измерению оптической плотности растворов на спектрофотометре Юнико-1201, его необходимо включить, дать прогреться в течение 10-15 минут.

В кюветное отделение прибора можно поместить одновременно две кюветы: одна с дистиллированной водой (холостая проба), другая с измеряемым раствором.

На первом этапе необходимо изучить спектральные характеристики исследуемых растворов с целью установления длины волны, при которой наблюдается максимальное светопоглощение.

Для этого необходимо одну кювету наполнить дистиллированной водой, другую анализируемым раствором и поместить в прибор. Кювету следует брать только за шероховатые поверхности. Если на полированные стенки кюветы попали капли раствора, необходимо их промокнуть фильтровальной бумагой. Ни в коем случае не тереть!

Закрыть крышку прибора. Установить длину волны. С помощью ручки, поставить на пути светового потока кювету с дистиллированной водой. Выбрать режим «А» (светопоглощение). Кнопкой «ОА/100%Т» обнулить показания прибора т.е. установить поглощение света равное 0,00.

Затем с помощью ручки поставить на пути светового потока кювету с раствором. Записать показания прибора.

И таким образом измерить светопоглощение во всём диапазоне длин волн с шагом 20 нм. После построить график зависимости $A(\lambda)$ и установить длину волны с максимальным светопоглощением.

При этой длине волны измерить светопоглощение всех стандартных растворов и раствора анализируемого образца.

Измерения проводят в порядке увеличения или уменьшения концентрации стандартных растворов.

Построить график зависимости светопоглощения A от концентрации $C, \%$.

С помощью данного графика, зная светопоглощение анализируемого раствора, определить его концентрацию.

Рассчитать массу вещества в пробе.

В отчёте по лабораторной работе приводится:

1. Название работы и её цель.
2. Перечень оборудования и материалов.
3. Расчёт концентрации стандартных растворов.
4. Методика проведения анализа.
5. Результаты измерений в численной и графической форме.
6. Расчёт содержания йодата калия (мкг/г) в пробе.
7. Вывод. В выводе даётся заключение о соответствии содержания йодата калия указанному на упаковке.

Срок и порядок предоставления отчета. Критерии оценивания

Отчёт предоставляется в течение трёх рабочих дней после проведения лабораторной работы.

Критерии оценки отчета по лабораторной работе.

- точность проведения измерений и отсутствие грубых погрешностей;
- грамотное оформление отчета о результатах экспериментальных исследований согласно установленным правилам и требованиям;
- грамотное представление результатов эксперимента (оценка точности и погрешности измерений, анализ полученных результатов);
- демонстрация культуры оформления и представления отчетной документации.
- формулировка вывода по результатам работы.