

Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина

Химический факультет

Кафедра химического материаловедения

Дисциплина специализации

«Количественный физико-химический анализ комплексообразования, сорбции и ионного обмена»

Лабораторные занятия

1. Взвешивание на полумикровесах ВЛМ-1 (1 занятие)
2. Микрометоды очистки веществ (микрорегонка микроперекристаллизация с применением ампулы, высушивание вещества, определение температуры кипения) (1 занятие)
3. Хроматография (2 занятия)
4. Качественный элементный анализ полимерных материалов (1 занятие)
5. Измерение изотерм адсорбции (3 занятия)
6. Количественный физико-химический анализ протолитических равновесий глицина по данным рН-метрического титрования (3 занятия)
7. Кислотно-основные свойства полиэлектролитов (4 занятия)

Лабораторная работа №1

Взвешивание вещества для анализа на полумикровесах ВЛМ –1

Цель работы: взять навески вещества массой до 10 мг на полумикровесах ВЛМ-1г

Оборудование и реактивы: полумикровесы ВЛМ-1г, «собачки», пробирки, трубочки с длинной ручкой, взвешиваемое вещество.

Для особо точных измерений небольших масс при проведении физико-химических исследований и микроанализов используют точные рычажные и безрычажные весы различных конструкций.

Микроаналитические весы ВЛМ-1г имеют равноплечные коромысла с двумя подвесками и чашками. Полное механическое гиреналожение осуществляется двумя гиревыми механизмами. Весы снабжены механизмом выноса левой чашки. Предельная нагрузка 1 мг. Цена деления оптической шкалы 0.01 мг. Погрешность измерений 0.007 мг. Необходимо иметь ввиду, что на весах ВЛМ-1г нельзя брать навески менее 2 мг, что связано с воспроизводимостью взвешивания на указанных весах.

Основные параметры проверки весов – чувствительность и воспроизводимость взвешивания:

Отсчет при рейтере	ВЛМ-1г
} на “0” делении } на “1” делении	+0.021; +0.020; +0.019
	-0.977; -0.0.978; -0.979
чувствительность	998

При чувствительности 998-999 весы обычно дают хорошую воспроизводимость.

Перед началом работы весы необходимо проветрить, для чего открывают дверцы весов на 10-15 минут. Все подлежащие взвешиванию предметы выдерживают также 10-15 минут рядом с весами, чтобы их температура и влажность пришли в равновесие с атмосферными.

Пустую тару (стеклянные лодочки, “собачки”, ампулы) перед взвешиванием вытирают и подбирают противовес (тарируют). При применении противовесов

отсчет проводят по шкале рейтера и вейтографа, причем желательно вблизи нуля вейтографа и с положительным знаком. Затем вносят необходимое количество вещества, вытирают “собачку” и взвешивают. Далее переносят взятую навеску в стакан и взвешивают, пустую “собачку” после отсыпания вещества. По разности обоих взвешиваний находят массу взятой навески. Хотя положение “нулевой точки” при таком разовом взвешивании можно не учитывать, однако для того чтобы знать, сколько вещества находится в собачке и при необходимости отсыпать или добавить вещество, желательно знать “вес” пустой “собачки”.

При взвешивании гири в виде колец массой от 1 до 999 мг накладываются при помощи двух лимбов. Нижний имеет два диска: при помощи наружного накладывают гири массой от 100 до 900 мг, а при помощи внутреннего – от 10 до 90 мг. Верхний лимб, состоящий из одного диска, позволяет поместить на коромысло весов кольца массой от 1 до 9 мг. Масса менее 1 мг отсчитываются по шкале вейтографа.

Запись результатов взвешивания:

Нижний лимб (мг)		Сумма (мг)
наружный диск	4	
внутренний диск	20	420
Верхний лимб (мг)	6	6
Вейтограф	17	0.17
Всего	426.17 мг или 0.42617 г	426.17 мг

Вопросы

1. Какие весы используют в химических лабораториях?
2. Как подразделяются весы для аналитических работ?
3. Основные характеристики весов.
- 4 Подготовка весов для взвешивания, проверка чувствительности и воспроизводимости.
5. Техника взятия точной навески.

Литература

Воскресенский П.И. Начала техники лабораторных работ. – М.:Химия, 1971

Лабораторная работа №2

Микрометоды очистки веществ и определение некоторых физических величин

Цель работы: очистить вещество с помощью микроперегонки в трубочке Эмиха, определить температуру кипения полученного вещества; очистить твердое вещество микроперекристаллизацией с применением ампулы, высушить полученное вещество в вакуум-пистолете Фишера.

Оборудование и реактивы: легкоплавкие пробирки, газовая горелка, микроворонка, вакуум-пистолет Фишера, трубочка Эмиха, прибор для определения температуры кипения, очищаемые вещества (вода, изопропиловый спирт, ацетанилид, бензойная кислота)

Микроперекристаллизация с применением ампулы

Предварительно делают из легкоплавкой пробирки ампулу. Оттянутый конец ампулы должен иметь диаметр 2 – 3 мм, в который вставляют кусочек ваты и уплотняют. Вату обрезают ножницами по краю ампулы.

В пробирку объемом 7 – 10 мл помещают смесь 40 мг ацетанилида с 1 мл воды и нагревают до кипения. Если при этом вещество не растворится полностью, добавляют еще ~ 0.3 мл воды. Если раствор окажется окрашенным, его охлаждают и добавляют небольшое количество порошкообразного активированного угля и кипятят 3 – 4 минуты. Для отделения раствора от нерастворившихся примесей и угля проводят фильтрование в ампулу. Для этого приготовленную ампулу с ватной пробкой нагревают в пламени горелки и погружают открытым концом в чистый растворитель – воду. При охлаждении в ампулу затягивается 0.2 – 0.3 мл воды. Затем переворачивают ампулу и нагревают воду в ней до кипения, при этом воздух вытесняется парами воды. Открытый конец горячей ампулы погружают в горячий раствор ацетанилида. По мере охлаждения ампулы раствор ацетанилида фильтруется в неё через ватную пробку. Когда весь раствор перейдет в ампулу, её охлаждают, отламывают верхнюю часть и отфильтровывают выпавшие кристаллы на микроворонке с отсасыванием. Выпавшие кристаллы помещают в заранее

взвешенную лодочку и сушат в вакуум-пистолете Фишера до постоянного веса. Определяют выход в %. В качестве растворителя при микроперекристаллизации можно использовать 50% спирт.

В случае проведения очистки бензойной кислоты в качестве растворителя используют толуол.

Высушивание вещества в вакуум-пистолете Фишера

Вещество для высушивания помещают в лодочку и вносят во внутреннюю пробирку 1 (рис. 1), соединенную с корпусом прибора 2 шлифом 3. В колбу 4 наливается жидкость, температура кипения которой не превышает температуры плавления данного вещества. В сосуд 5 с краном, соединенный с вакуумным или водоструйным насосом, помещают осушитель. Жидкость в колбе 4 нагревается до кипения и её пары, обогревая пробирку 1 с лодочкой, ускоряют процесс удаления летучих веществ. Через 20 – 30 минут лодочку с веществом вынимают и помещают в эксикатор. После охлаждения проводят взвешивание. Высушивание вещества необходимо вести до постоянного веса.

Микроперегонка в трубочке Эмиха

Для микроперегонки небольшого количества жидкости используют Трубочку Эмиха (рис.2) . На дно трубочки помещают немного прокаленного волокнистого асбеста или стекловаты прибавляют перегоняемую жидкость в таком количестве, чтобы вся впиталась в асбест (0.2 – 0.3 мл). Трубочку нагревают на маленьком пламене, держа её под углом 45° . Нагревают до тех пор, пока кольцо конденсирующих паров не достигнет верхней части первого шарообразного расширения. Собравшийся в шарообразном расширении конденсат отбирают капиллярной пипеткой и переносят в капилляр для определения температуры кипения по Сиволобову.

Преимущества колбочек с воротничком состоит в том, что перегоняемые пары жидкости должны преодолеть очень короткое расстояние, что позволяет осуществить пергонку высококипящих веществ. Перегоняемая жидкость при этом не размазывается по большей части поверхности и потери невелики.

Определение температуры кипения по Сиволобову

Исследуемую жидкость (0.2 – 0.3 мл) помещают в маленькую пробирку длиной 30 мм и диаметром 2 – 3 мм. В эту же пробирку вставляют капилляр длиной 40 – 50 мм, запаянный с одной стороны. Пробирку прикрепляют к термометру и помещают в прибор для определения температуры кипения (рис.3). При нагревании наблюдается сначала слабое, а затем бурное выделение пузырьков газа из капилляра (равномерная цепочка), что соответствует температуре кипения исследуемой жидкости. Температурой кипения считается момент, когда при охлаждении «равномерная цепочка» обрывается и жидкость начинает засасываться в капилляр.

Вопросы

Методы очистки веществ в лабораторной практике.

Перегонка. Разновидности процесса перегонки.

Каким образом можно увеличить эффективность перегонки.

Микроперегонка.

На чем основан метод перекристаллизации? Какие этапы включает в себя процесс перекристаллизации.

Выбор растворителя.

При каких условиях обеспечивается большая степень очистки вещества?

Каким способом можно обеспечить стимулирование образования кристаллов?

Каким способом можно удалить примеси и провести очистку растворов до перекристаллизации?

Высушивание вещества. Каким образом устанавливают конец сушки.

Каким требованием должен соответствовать осушитель для жидкостей и газов.

Методы идентификации вещества.

Техника безопасности при выполнении работы.

Литература

Воскресенский П.И. Начала техники лабораторных работ. – М.:Химия, 1971

Органическая химия

Лабораторная работа №4

Качественный элементный анализ полимерных материалов

Цель работы: определить элементы, входящие в состав полимерного материала с помощью качественных реакций.

Оборудование и реактивы: стеклянные пробирки (маленькая для сплавления с металлическим натрием и обычные для качественных реакций), фарфоровая чашка, газовая горелка, фильтровальная бумага, медная проволока, отводная стеклянная трубка; металлический натрий, соляная кислота, азотная кислота, фосфорная кислота, сернокислое закисное железо, нитрат серебра, молибденовокислый аммоний, нитропруссид натрия, сульфид свинца, окись меди, бензольный раствор йода.

Анализ веществ проводят в два этапа:

- 1) разрушения вещества (либо путем сплавления пробы с металлическим натрием или сжиганием вещества в колбе с кислородом);
- 2) проведения проб на дополнительные элементы.

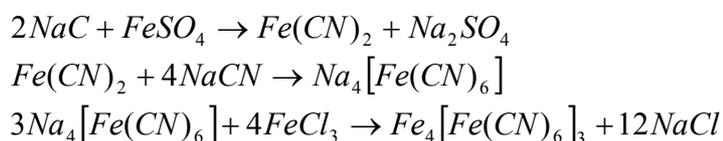
Метод сплавления пробы с металлическим натрием

В маленькую сухую пробирку помещают небольшой кусочек металлического натрия (размером с горошину) и прибавляют 1 – 2 г исследуемого вещества. Смесь нагревают до тех пор, пока не произойдет разложение, обычно сопровождающееся слабой вспышкой и почернением вещества. Раскаленный конец пробирки погружают в небольшое количество воды (5 – 10 мл), находящееся в фарфоровой чашке. При этом пробирка растрескивается, иногда с воспламенением не вошедшего в реакцию натрия.

Определение азота

Азотсодержащие вещества при сплавлении с металлическим натрием разлагаются с образованием цианистого натрия, который затем может быть обнаружен реакцией с образованием берлинской лазури. Водный раствор подогревают и отфильтровывают, к 2 – 3 мл фильтрата прибавляют несколько капель раствора сернокислого закисного железа, предварительно прокипяченного и содержащего поэтому примесь окисного железа. Смесь должна иметь щелочную

реакцию (проверить по индикаторной бумаге), её кипятят 30 секунд, быстро охлаждают и подкисляют разбавленной соляной кислотой. Появление синезеленого окрашивания и постепенное образование синего осадка берлинской лазури указывает на присутствие азота в данном соединении:



Реакцию на азот дают полиуретаны, полиамидные, карбамидные, аминокформальдегидные и другие азотсодержащие смолы.

При отсутствии азота в соединении раствор имеет желтую окраску.

Определение галогенов

1) Реакция Бельштейна: медную проволоку с петлей на конце нагревают в пламене горелки до тех пор, пока она не перестанет окрашивать пламя в зеленый цвет. После того, как проволока немного остынет, помещают в петлю небольшое количество исследуемого вещества и снова нагревают в пламене горелки. Окрашивание пламени в синий или зеленый цвет (вызываемое образованием летучей при высокой температуре галоидной соли меди) указывает на присутствие галоидов в исследуемом веществе. По продолжительности окрашивания можно приблизительно судить о количественном содержании галоида. Эта реакция не вполне специфична, так как тиомочевина и ее производные, соединения пуриновой группы и другие дают подобное окрашивание пламени.

2) Небольшую пробу фильтрата, полученного при сплавлении с металлическим натрием, подкисляют 10% азотной кислотой и прибавляют несколько капель 5% раствора нитрата серебра. Если вещество содержит азот или серу, то перед добавлением $AgNO_3$ подкисленный раствор нужно прокипятить для удаления синильной кислоты и сероводорода. В случае присутствия галоида в исследуемом веществе, выпадает осадок: белого цвета $AgCl$, светло-желтого - $AgBr$, желтого - AgI .

Наиболее распространенные полимеры, содержащие атомы хлора: поливинилхлорид, перхлорвиниловая смола, хлорпреновый каучук,

полихлорстиролы и др. Полимерные соединения, содержащие в молекуле атомы брома или йода, очень редки.

Определение фосфора

Порцию фильтрата подкисляют концентрированной азотной кислотой, осторожно кипятят для полного окисления фосфора в фосфорную кислоту и прибавляют 1- 2 мл 10% раствора молибденовокислого аммония. Образование ярко-желтого осадка фосфорно-молибденовокислого комплекса указывает на присутствие фосфора.

Реакцию на фосфор дают полимеры виниловых и аллиловых эфиров фосфорной кислоты, а также другие фосфорорганические полимеры.

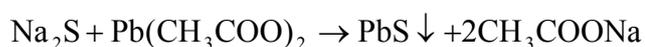
Определение серы

1) К небольшой пробе фильтрата прибавляют несколько капель свежеприготовленного 1% раствора нитропрусида натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$. Появление интенсивного красно-фиолетового окрашивания указывает на присутствие Na_2S в растворе, а следовательно и на наличие серы в исследуемом полимере.



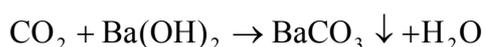
Реакцию на серу дают сульфифенольные (КУ-1, КУ-2 и др.), тиокарбамидные, полиалкиленсульфиды и другие смолы, содержащие сульфидную серу или SO_3H -группу.

2) К порции фильтрата прибавляют несколько капель 0.01 М раствора ацетата свинца. Выпадение черного осадка свидетельствует об образовании сульфида свинца:



Определение углерода

Смешивают исследуемое вещество (0.1 – 0.5 г) с окисью меди (1 г) в тугоплавкой пробирке с отводной стеклянной трубкой, которую погружают в раствор $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Если в исследуемом веществе есть углерод, то в результате его окисления при нагревании образуется углекислый газ, вызывающий помутнение баритовой воды и выпадение осадка BaCO_3 (если соединение не содержит серу).



Определение водорода

Высушенное исследуемое вещество смешивают с окисью меди и нагревают в пробирке. Если проба не содержит кристаллизационной воды, то капельки воды, конденсирующиеся в верхней части пробирки, указывают на наличие водорода. Однако, многие вещества прочно удерживают кристаллизационную воду, которая удаляется только в вакууме на P_2O_5 при высоких температурах.

Определение кислорода

Известно много реакций для определения групп, содержащих кислород, однако, они не дают надежных результатов. Поэтому для определения кислорода обычно не пользуются качественными реакциями. Его присутствие может быть косвенно установлено при полном количественном элементарном анализе (по разности).

Предварительные сведения о содержании кислорода можно получить, исследуя влияние вещества на цвет бензольного раствора йода: фиолетовый цвет – в бескислородных растворителях, коричневый – в кислородосодержащих. Готовят 0.005% бензольный раствор йода (фиолетовый цвет) и 5 – 10% бензольный раствор исследуемого вещества. Отбирают по 5 мл каждого раствора и смешивают. Если вещество содержит кислород, раствор окрашивается в коричневый цвет.

Вопросы

Особенности аналитической химии органо-полимерных материалов.

Идентификация полимеров.

Качественный элементный анализ органо-полимерных материалов

Качественный функциональный анализ.

Техника безопасности при выполнении работы.

Литература

Органикум. Практикум по органической химии (Ч.1). – М.: Мир, 1979

Калинина Л.С. Качественный анализ полимеров. – М.: Химия, 1975

Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. Т.2. – М.: Химия, 1990

Лабораторная работа №3

Хроматография

Цель работы: познакомиться с методами хроматографии; разделить смесь органических веществ с помощью колоночной хроматографии; разделить смесь азокрасителей с помощью тонкослойной хроматографии; используя методы бумажной хроматографии (нисходящая, восходящая и радиальная) разделить микроколичества смеси веществ с помощью бумажной хроматографии и идентифицировать компоненты исследуемой смеси; определить подвижность разделяемых веществ R_f .

Приборы и оборудование: хроматографическая колонка, эксикатор, кювета, хроматографическая бумага, хроматографическая камера, чашка Петри, хроматографические пластины для ТСХ; Окись алюминия, четыреххлористый углерод, п-нитроанилин, азобензол, формамид, ацетон, петролейный эфир, вода, п-бутиловый спирт, уксусная кислота, 0.5 % раствор нингидрина в метаноле, азобензол, судан красный.

Вопросы

Сущность методов хроматографии.

Классификация методов хроматографии.

Основные узлы приборов для хроматографического анализа.

Использование хроматографии в качественном и количественном анализе.

Какие способы применяют для определения эффективности хроматографического разделения?

Области применения, достоинства и недостатки различных методов хроматографии.

Определение коэффициента подвижности R_f .

Литература

Васильев В.П. Аналитическая химия. Ч.2. М.:Высш.шк., 1989

Лабораторная работа №7

Кислотно-основные свойства полиэлектролитов

Цель работы: определить полную обменную емкость ионитов, построить кривые потенциметрического титрования ионитов в присутствии и отсутствии фонового электролита, построить зависимость pK от α и определить значение pK_0 .

Приборы и оборудование: весы, термостат, рН-метр-милливольтметр рН-673, стеклянный электрод, хлорсеребряный электрод, солевой мостик, плоскодонные колбы емкостью на 100 мл, бюретки; стандартные буферные растворы для градуировки индикаторного электрода, дистиллированная вода, 0.1 н раствор соляной кислоты, 0.1 н раствор гидроксида натрия, растворы хлорида натрия (0.1, 0.2, 0.3 и 0.5 н), метиловый оранжевый.

Обычно воздушно-сухие иониты содержат некоторое количество связанной воды. Поэтому, чтобы определить полную обменную емкость (ПОЕ) в мг-экв на 1 г безводного полимера, необходимо предварительно определить его влажность. Для этого 2 – 3 навески воздушно-сухого ионита по 0.2 г обезвоживают в воздушном термостате при $100^{\circ}C$. По потере веса во взятой навески рассчитывают влажность полимера в процентах. Для определения ПОЕ ионита две навески сухого ионита по 0.1 г помещают в конические колбы объемом 100 мл и заливают 25 мл 0.1 н раствора NaOH. Полученные системы оставляют на 6 – 7 суток для установления равновесия. По истечении указанного времени иониты отфильтровывают. Анализируют исходный и равновесные растворы щелочи титрованием 0.1 н раствора HCl в присутствии метилового оранжевого. Титрование каждой пробы проводят не менее трех раз. Рассчитывают ПОЕ ионита по формуле:

$$ПОЕ = \frac{(N_0 - N_x) \cdot V}{g},$$

где N_0 – исходная концентрация NaOH, мг-экв/мл; N_x – равновесная концентрация NaOH, мг-экв/мл; V – объем раствора, мл; g – навеска полимера, г.

Потенциметрическое титрование ионита проводят в статических условиях. Для этого навески полимера (0.1 г) в водородной форме помещают к колбы с притертыми пробками объемом 100 – 200 мл и заливают растворами, содержащими

в различных соотношениях едкий натрий и хлористый натрий, причем суммарная концентрация ионов натрия в каждой пробе должна быть постоянной, объем заливаемого раствора также постоянный и равен 30 мл.

Количество проб ионита для потенциометрического титрования определяют, исходя из предварительно найденных значений ПОЕ, которая позволяет найти мг-экв щелочи, необходимые для полной диссоциации функциональных групп. Растворы с навесками оставляют стоять в течение 6 -7 суток до установления равновесия. Затем навески отфильтровывают в чистые сухие колбы и в каждой пробе измеряют рН, после чего строят потенциометрические кривые рН(V) (рис. 1), где V – количество добавленной щелочи в мл. Таких кривых должно быть четыре: три с разным содержанием фонового электролита, одна в отсутствии фонового электролита.

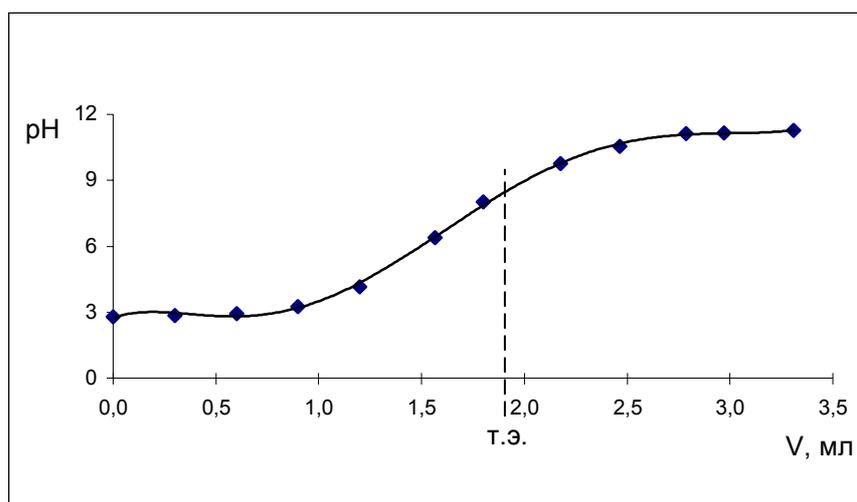


Рис. 1 Кривая потенциометрического титрования

Значение ПОЕ необходимо также для определения α (степени диссоциации). ПОЕ должна соответствовать точке эквивалентности на кривой титрования, т.е. в этой точке все функциональные группы полимера полностью диссоциированы ($\alpha=1$). Для ионитов, имеющих в своем составе один тип функциональных групп, точка эквивалентности будет единственная. Если полимер по природе полифункционален, т.е. содержит, например, сульфогруппы и карбоксильные группы, то таких точек эквивалентности на кривой будет две. Они будут довольно четко выражены, если различия в силе кислотности групп велики (константы диссоциации) групп должны различаться не менее чем 10^4 раз).

Однако на кривых титрования слабых электролитов часто нет четких перегибов, характеризующих область полной диссоциации функциональных групп.

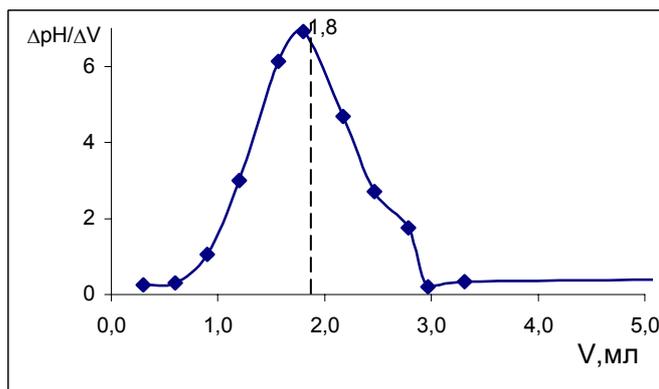


Рис.2 Дифференциальная кривая потенциометрического титрования

Вследствие этого нахождение точки эквивалентности в этих случаях затруднительно. Поэтому строят дифференциальную кривую в координатах $\Delta pH/\Delta V$ от V (V – объем титранта, мл). Такая кривая (рис.2) имеет пик, характеризующий полную диссоциацию групп полимера. Если ионит полифункционален, то пиков должно быть два и более. Выявив, таким образом точку эквивалентности, соответствующую на кривой потенциометрического титрования какому-то объему титранта – V (мл), считают, что для какой-либо точки на кривой потенциометрического титрования до момента полной нейтрализации этот объем равен V_x , мл. Если предположить, что степень диссоциации слабой поликислоты в отсутствие щелочи равна нулю, а в точке полной нейтрализации $\alpha=1$, и что между количеством добавленной щелочи и α прямая зависимость, то $\alpha \approx V_x/V$. Для определения α можно использовать ПОЕ. Зная значение ПОЕ, необходимо рассчитать емкость навески, используемой в потенциометрическом титровании. Отсюда

$$\alpha = \frac{N \cdot V}{\text{ПОЕ} \cdot g},$$

где N – концентрация щелочи, мг-экв/мл, V – объем титранта, мл, g – масса навески, г.

На основании рассчитанных значений α и экспериментально найденных значений pH по следующему уравнению находят pK_a ионита в присутствии различных концентраций фонового электролита и без него:

$$pK_a = pH - \lg \frac{\alpha}{1 - \alpha}.$$

Затем строят зависимость pK_a от α в присутствии соли NaCl указанных концентраций и без нее. Экстраполяцией зависимости pK_a от α к $\alpha=0$ определяют константу диссоциации pK_0 . Сопоставить полученные значения pK_0 ионита с константами диссоциации низкомолекулярных модельных кислот.

Вопросы

Понятие полиэлектролита. Классификация и свойства полиэлектролитов.

Какие процессы происходят в растворах полиэлектролитов?

Особенности поведения растворов полиэлектролитов.

Понятие ПОЕ. Какие факторы влияют на значение обменной емкости полиэлектролита.

Методы определения константы диссоциации полиэлектролитов.

Влияние структуры ионита на его кислотно-основные свойства.

Применение ионитов. Регенерация ионитов.

Литература

Энциклопедия полимеров. 1-3 Т.

Тагер А.А. Физико-химия полимеров. М.: Химия, 1968

Практикум по высокомолекулярным соединениям./Под ред. Р.А. Кабанова. – М.: Химия, 1985

Воюцкий С.С. Растворы высокомолекулярных соединения. – М.: Госхимиздат, 1960

Лабораторная работа №5

Измерение изотерм адсорбции

Цель работы: исследовать сорбцию водных растворов красителей на поверхности немодифицированного кремнезема.

Оборудование и реактивы: аналитические весы, спектрофотометр КФК-3, Spocol 1, рН-метр-милливольтметр рН-673, стеклянный электрод, хлорсеребряный электрод, солевой мостик, термостат, бюксы, стаканчики; стандартные буферные растворы для градуировки индикаторного электрода, бидистиллированная вода, 0.01% раствор метилового оранжевого, соляная кислота (0.1 М), гидроксид натрия (0.1 М), силикагель L5/40.

5-6 навесок силикагеля L5/40 (Chemapol) по 0,1 г переносят в бюксы и приливают разные объёмы 0,01 % раствора красителя (1-5 мл), буферный раствор (5 мл) и дистиллированную воду до общего объёма системы 25 мл. После приготовления суспензий фиксируют значение рН каждой суспензии. Далее измеряют оптическую плотность раствора над сорбентом с течением времени (по истечении 30, 60, 90 минут после приготовления суспензий) и по истечении 6-7 суток. Для этого из каждого бюкса берут аликвоту 3 мл и разбавляют до 5 мл буферным раствором. На спектрофотометре измеряют оптическую плотность растворов в области максимального поглощения относительно дистиллированной воды (буферного раствора).

Для определения области максимального поглощения измеряют зависимость оптической плотности раствора индикатора (3 мл 0,01% раствора индикатора + 2 мл буферного раствора) от длины волны. На зависимости D / λ находят λ_{\max} , при которой в дальнейшем фиксируют оптическую плотность исследуемых растворов.

Затем суспензии отфильтровывают, силикагель выдерживают в термостате при 80-100° С в течение 2 ч до сухого состояния и регистрируют спектры диффузного поглощения сорбентов на приборе Spocol-1.

На основании полученных результатов рассчитывают равновесную концентрацию сорбции [с] в моль/л, исходя из последнего значения оптической плотности раствора над сорбентом и концентрацию сорбции c^s в моль/г по разнице

исходной концентрации красителя и равновесной в пересчете на массу навески. Строят зависимость $[c]/c^s$.

Данные представить в виде таблицы, построить спектры поглощения раствора над сорбентом и спектры диффузного отражения для силикагеля с сорбированным индикатором.

Вопросы

Количественный физико-химический анализ (суть метода, основные этапы выполнения).

Понятия сорбции, адсорбции, сорбата, сорбтива. Виды адсорбции.

Количественная характеристика адсорбции. Изотерма адсорбции (виды изотерм, уравнения изотерм).

Построение изотерм сорбции.

Спектрофотометрический метод анализа. Метод диффузного отражения.

Литература

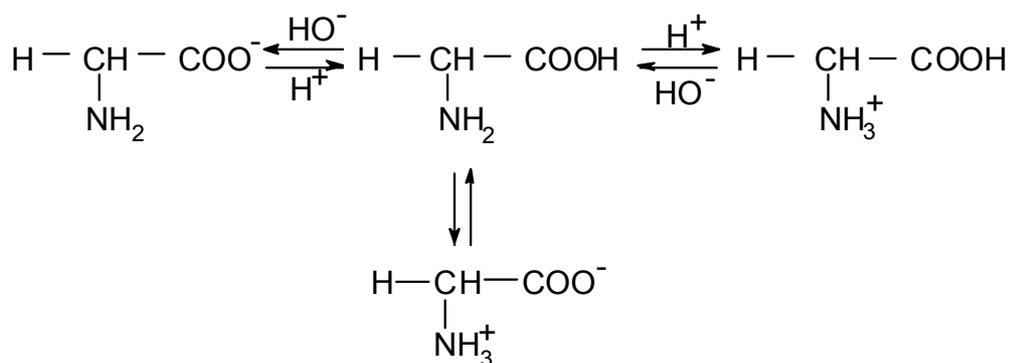
Лабораторная работа №6

Количественный физико-химический анализ протолитических равновесий глицина по данным рН-метрического титрования

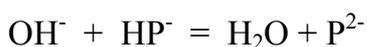
Цель работы: определить константы ионизации глицина по данным рН-метрического потенциометрического титрования.

Оборудование и реактивы: вольтметр Ф 4372 (~2 ГΩ), рН-метр-милливольтметр рН-673, стеклянный электрод, хлорсеребряный электрод, солевой мостик, магнитная мешалка; раствор глицина 0.1 моль/л, бифталат калия, гидроксид натрия, соляная кислота (0.01 моль/л), фенолфталеин.

Глицин (α -аминоуксусная кислота) относится к классу α -аминокислот, которые входят в состав белков. Глицин ($\text{H}-\text{CH}(\text{NH}_2)-\text{COOH}$) является амфотерным соединением, это обусловлено наличием в одной молекуле основной (NH_2) и кислотной (COOH) групп. В зависимости от среды аминокислоты могут существовать в виде катионов и анионов: в кислой среде протонируется аминогруппа, в щелочной - карбоксильная группа превращается в анион (карбоксилат-ион). В нейтральной среде молекула существует в виде биполярного иона.



Перед титрованием определить точную концентрацию раствора титранта (гидроксида натрия) с помощью бифталата калия ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ или КНР). Это соединение представляет собой соль фталевой кислоты, в молекуле которой только один протон проявляет кислотные свойства. Бифталат калия взаимодействует с гидроокисью натрия по уравнению:



В результате реакции образуется двухзарядный фталат-ион, ответственный за то, что точка эквивалентности находится в щелочной области. В качестве индикатора использовать - фенолфталеин.

Кислый раствор глицина (10 мл 0.1 моль/л раствора глицина разбавляют до 20 мл санинормальным раствором соляной кислоты) и титруют раствором NaOH (0.1 н) до рН 9 при непрерывном перемешивании раствора. Для определения рН измеряют ЭДС цепи с переносом с H^+ -селективным электродом и хлор-серебряным электродом сравнения, солевой мостик заполняют насыщенным раствором KCl в агар-агаре. Фиксируют значение ЭДС при определенном объеме добавленного титранта.

Градуировку цепи проводят по стандартным буферным растворам (1.68; 3.56; 4.01; 6.86; 9.18), что обеспечивает получение оценок активности ионов H^+ в растворах.

На основе полученных данных (оперируя данными о концентрации независимых компонентов во всех экспериментальных точках и исходными данными) с помощью программы CLINP 2.1 находят логарифмы констант ионизации глицина в исследуемой системе.

Вопросы

Потенциометрическое титрование (на чем основаны потенциометрические методы анализа, виды потенциометрического титрования, сущность потенциометрического определения рН, области применения метода).

Определение константы ионизации кислоты, основания, амфолита.

Потенциометрическое титрование глицина (обработка результатов по программе CLINP 2.1).