

1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Приобретение экспериментальных навыков по количественному определению содержания ненасыщенных углерод-углеродных и азотсодержащих функциональных групп органических соединений, а также закрепление теоретических положений, касающихся этих вопросов. Рассматриваются методы статистической обработки результатов аналитических определений, правила безопасной работы в лаборатории органического анализа, правила ведения лабораторного журнала.

2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Количественный органический анализ (определение содержания органических веществ) востребован при изучении состава природных продуктов (в том числе нефти, газа, угля), а также состава реакционных смесей разнообразных органических реакций. В значительном числе случаев определение индивидуальных компонентов сложных смесей не всегда целесообразно, а порой и невозможно. Поэтому в этих случаях обычно используют органический функциональный анализ. Несмотря на успешное развитие физико-химических методов анализа органических веществ, химические методы до сих пор остаются одним из основных видов функционального органического анализа. Обычно они основаны на простых химических реакциях, вполне доступны для каждой лаборатории и дают достаточно точные результаты. Особый интерес химические методы функционального анализа органических соединений представляют при определении степени чистоты веществ, малых концентраций органических соединений и при необходимости быстрого анализа промежуточных продуктов реакции.

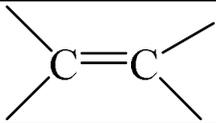
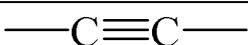
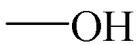
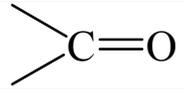
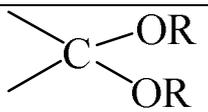
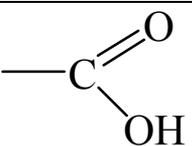
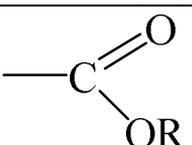
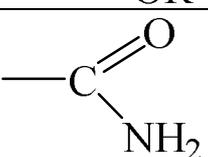
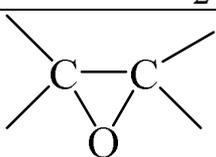
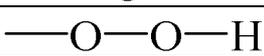
2.1. Понятие о функциональных группах и принципах функционального анализа

Функциональная группа – структурный фрагмент молекулы, характерный для данного класса органических соединений и

определяющий его химические свойства. Различают около 100 функциональных групп; некоторые из них приведены в табл. 1.

Таблица 1

Основные функциональные группы

Наименование функциональной группы	Строение
Алкенная	
Алкинная	
Гидроксильная	
Аминная	
Карбонильная	
Ацетальная	
Кетальная	
Карбоксильная	
Сложноэфирная	
Амидная	
Эпоксидная	
Гидропероксильная	

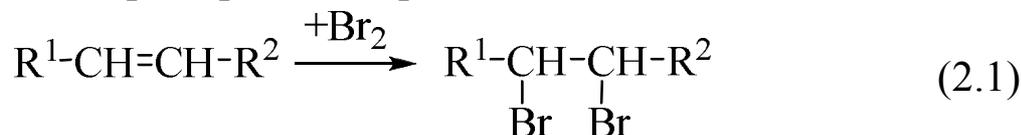
Определение функциональных групп с помощью химических реакций основано на установлении количества вещества, образующегося или потребляемого при

взаимодействии субстрата с реагентом. Поддающимися измерению веществами являются кислоты, основания, окислители, восстановители, вода, газы, малорастворимые осадки и окрашенные соединения.

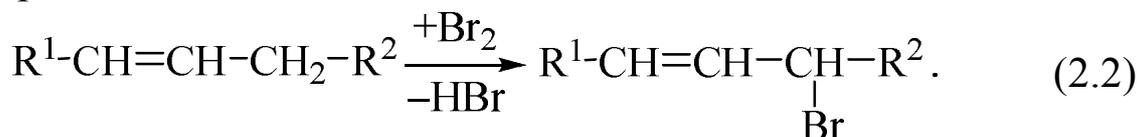
2.2. Определение содержания ненасыщенных углерод-углеродных связей

Для определения ненасыщенных углерод-углеродных связей наиболее часто используют следующие реакции: бромирование, присоединение моногалогенидов йода (определение йодного числа), каталитическое гидрирование, озонирование и эпоксидирование. Избирательности гидрирования ацетиленовой связи достигают применением специальных катализаторов. Известны также специфичные реакции для этиленовых соединений, в которых двойная связь расположена в α -положении к какой-либо функциональной группе, обычно типа карбоксила.

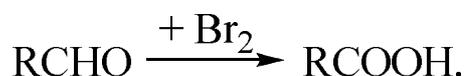
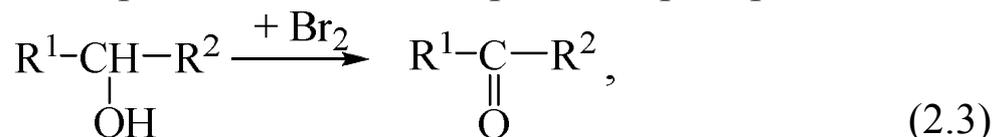
Реакция бромирования кратных связей



обладает такими достоинствами, как быстрота и простота выполнения. Недостаток её состоит в склонности брома замещать некоторые атомы водорода в углеводородной цепи одновременно с присоединением к двойной связи.

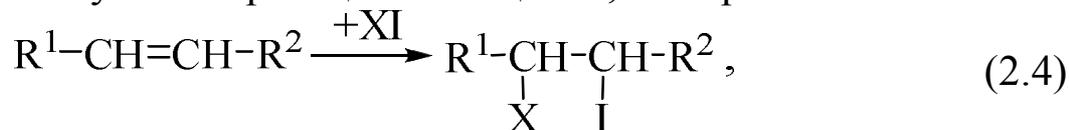


Другой недостаток проявляется в том, что бром может окислять некоторые компоненты в пробе, например:



Реакции (2.2) и (2.3) нередко приводят к завышенным результатам анализа.

Моногалогениды йода взаимодействуют с ненасыщенными соединениями более избирательно, чем бром, поскольку они не так легко вступают в реакции замещения, как бром:



где X – бром или хлор.

Однако и в этом случае замещение исключается не полностью, особенно при реакции с ароматическими соединениями. Кроме того, моногалогениды йода – превосходные окислители. Следовательно, как и в случае с бромом, любая окисляющаяся группа будет взаимодействовать с реагентом.

Типичная методика анализа с применением молекулярного брома включает воздействие известного избытка Br_2 в четыреххлористом углероде или другом подходящем растворителе (уксусная кислота, пропиленкарбонат, вода и др.) на пробу в темноте при 0°C и последующее йодометрическое определение не вошедшего в реакцию брома. При выполнении этого метода обычно проводят еще несколько дополнительных определений при возрастающем времени реакции и, если количество поглощенного брома зависит от продолжительности реакции, результат экстраполируют к нулевому времени (рис.1).

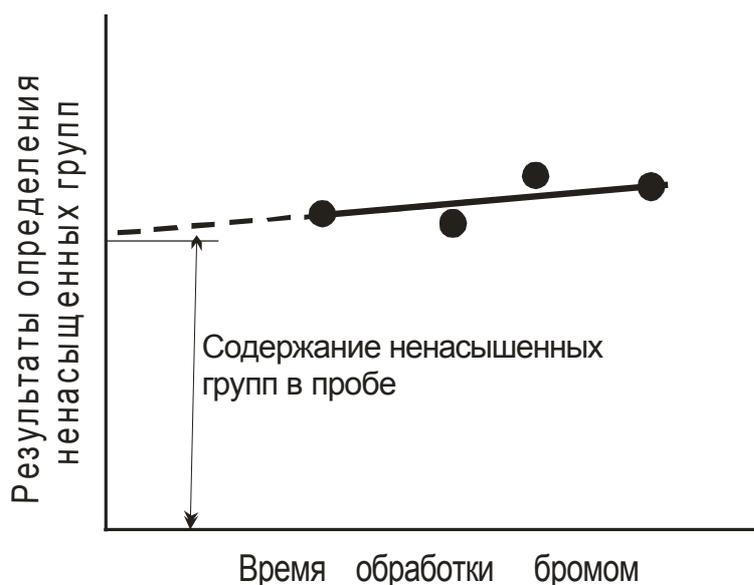
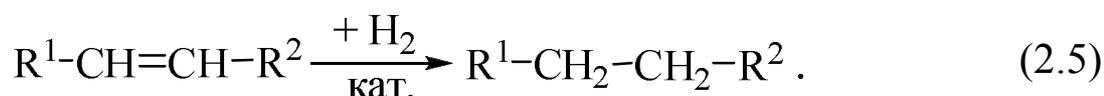


Рис. 1. Влияние продолжительности обработки бромом на результаты определения количества ненасыщенных связей

Такая экстраполяция оказывается необходимой, главным образом, при анализе продуктов крекинга нефти. Предполагают,

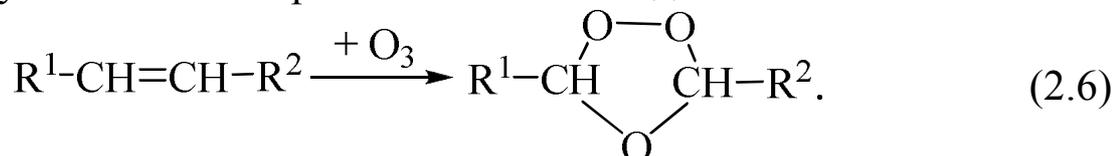
что реакция присоединения постепенно замедляется, и по мере того, как достигается насыщение двойных связей, роль реакции замещения возрастает. Если присоединение брома заканчивается в пределах первого определения, а скорость побочных реакций остается постоянной, то экстраполяция к нулевому времени (рис.1) должна давать истинное значение содержания ненасыщенных связей. Такой подход можно применить и в методах с моногалогенидами йода.

Гидрирование является реакцией присоединения, очень специфичной для двойных и тройных углерод-углеродных связей:

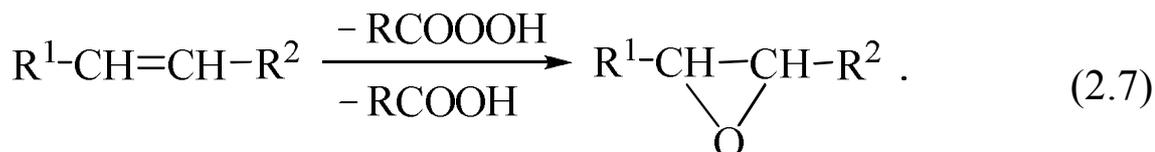


Реакция (2.5) может быть использована для определения практически всех ненасыщенных соединений. Однако, выполнение этой реакции требует значительных затрат времени и специальной аппаратуры. Тем не менее, когда в некоторых случаях другие методы по тем или иным причинам неприменимы, реакция гидрирования оказывается единственно пригодной. Реакцию гидрирования можно использовать также в тех случаях, когда галоген присоединяется к двойной связи с трудом.

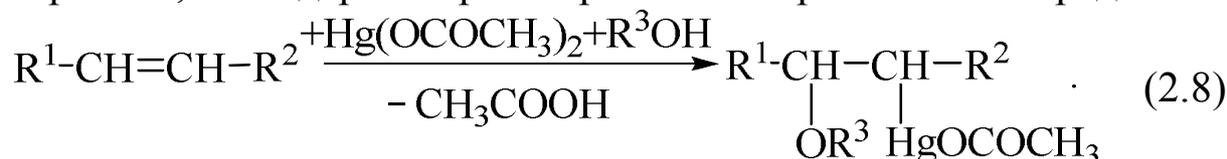
Метод анализа, основанный на озонировании, лишен таких недостатков, как склонность к реакциям замещения или зависимость от пространственных затруднений в структуре соединения, однако он не удобен тем, что в некоторых случаях образуются весьма взрывоопасные озониды:



Кроме того, генераторы озона дороги. Благодаря тому, что недавно стал доступным такой сравнительно стойкий реактив, как *m*-хлорпероксибензойная кислота, теперь широко применяется метод эпоксицирования, который особенно полезен при определении ненасыщенности полимеров:



Соли ртути (II) также присоединяются к двойной связи. В качестве реактива наиболее широко используется ацетат ртути, вероятно, благодаря его растворимости в органических средах:

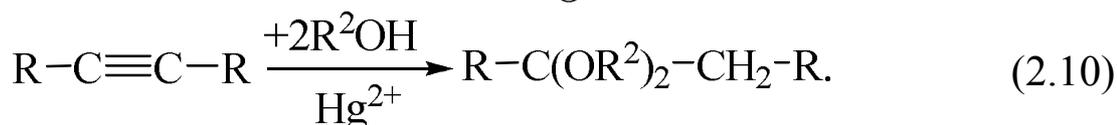
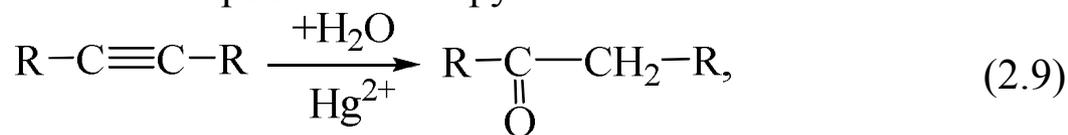


Соединения ряда ацетиленов, как и этилена, можно определять бромированием, по йодному числу и гидрированием, с тем лишь отличием, что на 1 моль соединения с тройной связью требуются 2 моля реагента. При галогенировании вторая молекула галогена присоединяется значительно медленнее первой, что может вызвать затруднения при анализе. Такое поведение объясняется стерическими и электронными факторами. Атомы галогена занимают сравнительно большой объем, поэтому молекула галогена присоединившаяся по тройной связи, оказывает пространственные препятствия последующему присоединению других атомов галогена к оставшейся двойной связи. Кроме того, введение в молекулу ненасыщенного соединения электроноакцепторных атомов галогенов понижает способность двойной связи к электрофильной атаке. Поэтому при анализе ацетиленовых соединений галогенированием следует определять время достижения полноты реакции.

При гидрировании также наблюдается меньшая скорость присоединения второй молекулы водорода. Однако различие в скорости присоединения первой и второй молекул водорода столь мало, что не вызывает затруднений в проведении реакции до конца. При действии специального катализатора цинк – дезактивированный палладий – карбонат кальция гидрирование может останавливаться после присоединения одной молекулы водорода. Такое селективное гидрирование лежит в основе метода количественного определения ацетиленовой связи.

Еще один специфический метод анализа алкинов соединений дает возможность определять ацетиленовые соединения в присутствии этиленовых. Он заключается в ката-

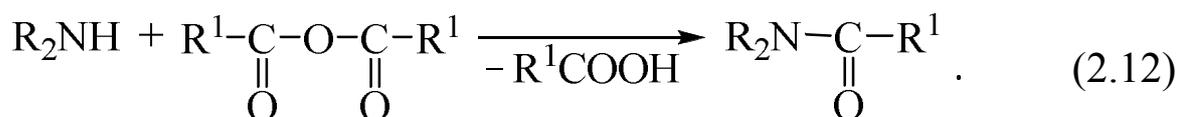
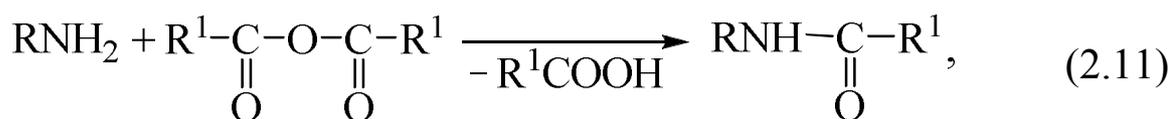
литическом присоединении к ацетиленовым соединениям в присутствии ртутного катализатора, воды или спиртов с образованием, соответственно, кетона или кетала (реакции (2.9) и (2.10)), которые затем могут быть количественно определены в условиях анализа карбонильной группы.



2.3. Определение аминогруппы

Для определения аминогруппы применяются нейтрализация (прямое ацидиметрическое титрование), образование амидов, бромирование, реакция с азотистой кислотой и другие реакции, причем наиболее широко используется прямое титрование. Почти все амины можно титровать в водной среде или в определенных органических растворителях. Большинство алифатических аминов является достаточно сильными основаниями, и их можно титровать в водном растворе кислотами. Ароматические и другие слабоосновные амины не удается оттитровать в воде, но они хорошо определяются в неводных средах, например, в уксусной кислоте, диоксане, кетонах, спиртах, нитрилах, простых эфирах, гликолях, нитрометане, а также в их смесях друг с другом и с углеводородами.

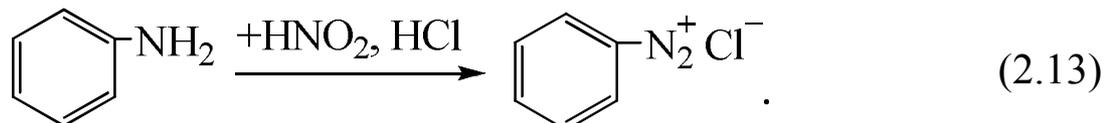
Помимо прямого титрования для определения первичных и вторичных аминов можно использовать реакцию с ангидридами кислот:



Реакция аминов с ангидридами протекает быстрее, чем со спиртами, хотя для определения аминов и следует предпочесть

методы прямого титрования, благодаря их простоте. Ангидридным методом можно пользоваться для определения первичных и вторичных аминов в присутствии третичных.

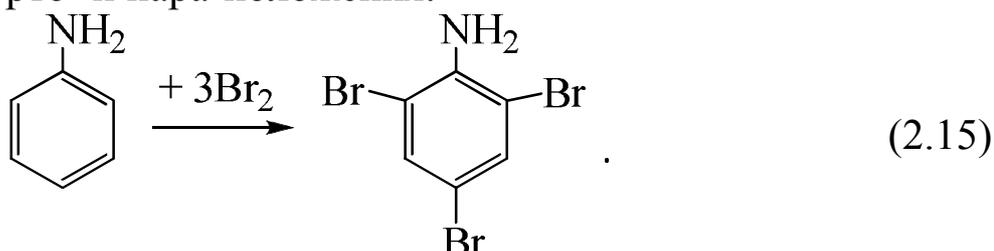
Для ароматических аминов известны специфические реакции, которые можно использовать для анализа. Например, первичные ароматические амины диазотируются азотистой кислотой:



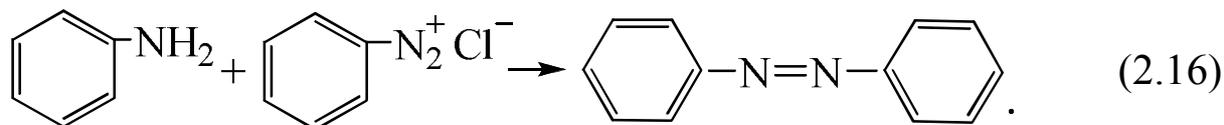
Азотистой кислотой пользуются также для определения первичных алифатических аминов по количеству выделившегося азота:



Первичные, вторичные и третичные ароматические амины легко подвергаются бромированию. При этом бром вступает в свободные орто- и пара-положения:



Некоторые ароматические амины вступают в реакцию азосочетания с солями диазония. Эта реакция лежит в основе аналитического метода:



2.4. Обработка результатов аналитических измерений

При проведении аналитических определений содержания функциональных групп в исследуемом образце обычно проводят сравнительно небольшое число параллельных измерений. Поэтому для статистической обработки полученных данных используют распределение Стьюдента (*t*-распределение), которое связывает между собой ширину доверительного интервала,

соответствующую ему доверительную вероятность и объём выборочной совокупности.

Для оценки случайной погрешности анализа рассчитывают:

$$\text{– выборочное среднее } \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}, \quad (2.17)$$

$$\text{– стандартное отклонение } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (2.18)$$

$$\text{– относительное стандартное отклонение } s_r = \frac{s}{\bar{x}}, \quad (2.19)$$

$$\text{– доверительный интервал } \bar{x} \pm \delta = \bar{x} \pm \frac{t(P, f)s}{\sqrt{n}}, \quad (2.20)$$

где x_i – результаты соответствующих измерений (определений), n – число параллельных определений, $t(P, f)$ – критерий Стьюдента, являющийся функцией от f (числа степеней свободы; $f=n-1$) и P (доверительной вероятности; обычно принимается равной 0,95 (95 %)) (табл. 2).

Таблица 2

Зависимость значений t - и Q -критерия от числа степеней свободы и количества определений для доверительной вероятности 0,95

Число степеней свободы $n-1$	t -критерий	Число определений n	Q -критерий
1	12,71	3	0,970
2	4,30	4	0,829
3	3,18	5	0,710
4	2,78	6	0,625
5	2,57	7	0,568
6	2,45	8	0,526
7	2,37	9	0,493
8	2,31	10	0,466

Если в серии результатов параллельных определений некоторые величины значительно отличаются от остальных, то такие результаты подвергают проверке с помощью Q -теста.

Q рассчитывают по формуле:

$$Q = \frac{(x_i - x_{\text{ближ.}})}{(x_{\text{макс.}} - x_{\text{мин.}})}, \quad (2.21)$$

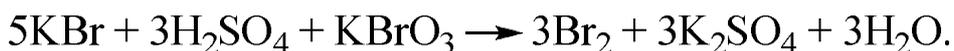
где x_i – подозрительное значение, $x_{\text{ближ.}}$ – ближайшее к подозрительному значение, $x_{\text{макс.}}$ – максимальное значение серии, $x_{\text{мин.}}$ – минимальное значение серии. Затем полученное значение Q сравнивают с табличным значением $Q_{\text{табл.}}$ ($P=0,95; n$). Если $Q > Q_{\text{табл.}}$, то результат исключают и проводят статистическую обработку без него.

Для выявления систематической погрешности часто используют метод «введено-найдено», когда для анализа готовят образец с известным содержанием определяемого компонента (c). Его подвергают всем стадиям анализа. Полученный результат ($\bar{x} \pm \delta$) сравнивают с заданным содержанием c . Поскольку доверительный интервал характеризует неопределенность значения \bar{x} , обусловленную его случайной погрешностью, то если величина c входит в этот доверительный интервал, различие между \bar{x} и c не значимо. Таким образом, полуширина доверительного интервала должна быть больше разницы между полученным результатом \bar{x} и известным содержанием определяемого компонента c . Различие между \bar{x} и c является значимым, если $|\bar{x} - c| > \frac{t(P, f)s}{\sqrt{n}}$ (простой тест Стьюдента).

3. МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

3.1. Определение воспроизводимости бромид-броматного метода при анализе циклогексена

Бромид-броматный метод позволяет избежать осложнений, связанных с улетучиванием брома из реактива при анализе непредельных соединений. Этот реактив весьма стоек, бром из него генерируется при добавлении кислоты в ходе анализа:



Важным условием квалифицированного определения ненасыщенных связей является применение бромлирующего реагента в 10–15% избытке для данной пробы. Поэтому, если степень ненасыщенности вещества неизвестна, проводят предварительное определение с большим избытком бромид-бромата и рассчитывают необходимый избыток реагента. Не следует допускать слишком большого избытка, чтобы уменьшить возможность протекания реакции замещения, которая может привести к завышенным результатам. Если же избыток составляет менее 10–15%, то присоединение в конце бромирования протекает так медленно, что оно может и не закончиться в заданный промежуток времени.

Реактивы

1. Циклогексен, 0,08 М раствор в CCl_4 .
2. Раствор бромид-бромата, 0,1 М. Растворяют 10 г бромида калия и 2,78 г бромата калия в воде и доводят объем раствора до 1 л.
3. Четыреххлористый углерод, х. ч.
4. Уксусная кислота ледяная, х. ч.
5. Йодид калия, 20 %-й раствор.
6. Серная кислота, 3 М раствор.
7. Тиосульфат натрия, 0,05 М раствор.
8. Крахмал, 1 %-й раствор.
9. Натрия хлорид, 2 М раствор.

Посуда: колбы Эрленмейера на 250 мл, пипетки на 2 и 25 мл, цилиндры на 10 и 25 мл, бюретка для титрования на 25 мл.

Методика определения

В колбу Эрленмейера ёмкостью 250 мл с притертой пробкой вносят 25 мл 0,1 М раствора бромид-бромата, приливают 5 мл 3 М серной кислоты и выдерживают смесь 2–3 мин до полного высвобождения брома. Затем прибавляют 2 мл раствора циклогексена в четыреххлористом углероде и 20 мл ледяной

уксусной кислоты. Колбу обёртывают куском темной ткани, и содержимое взбалтывают в течение 10 мин.

После этого прибавляют 15 мл 2 М раствора хлорида натрия и 5 мл 20 %-го раствора йодида калия и взбалтывают в течение 30 с. Выделившийся йод титруют 0,05 М раствором тиосульфата натрия до соломенно-жёлтой окраски, затем добавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синего окрашивания. Измеряют количество 0,05 М раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование.

Аналогично проводят контрольный («холостой») опыт без циклогексена, используя 25 мл раствора бромид-бромата.

Содержание циклогексена (c , моль/л) вычисляют по формуле:

$$c = \frac{0,05 \cdot (V_{хол.} - V_{пр.})}{2 \cdot v},$$

где $V_{хол.}$ и $V_{пр.}$ – объёмы 0,05 М раствора тиосульфата натрия, пошедшие на титрование в «холостом» опыте и на титрование исследуемого образца соответственно, мл; v – объём пробы, взятый для анализа, мл; 2 – коэффициент, учитывающий стехиометрию реакции йода с тиосульфатом натрия.

Аналогичным образом проводят ещё 5–6 аналитических определений.

Полученные результаты вносят в таблицу (см. раздел 4.2) и проводят статистическую обработку полученных результатов (см. раздел 2.4). С помощью Q -теста проводят выбраковку грубых промахов, рассчитывают доверительный интервал и относительное стандартное отклонение. Сопоставляют расчётную концентрацию раствора циклогексена со средним значением \bar{c} .

3.2. Определение примеси циклогексена в техническом циклогексаноле

Циклогексен присутствует в техническом циклогексаноле – промежуточном продукте производства капролактама. Его содержание может быть определено бромид-броматным методом (см. раздел 3.1).

Реактивы

1. Соляная кислота концентрированная.
2. Уксусная кислота ледяная, х. ч.
3. Йодид калия, 5 %-й раствор.
4. Бромид калия.
5. Бромат калия.
6. Тиосульфат натрия, 0,05 М раствор.
7. Крахмал, 1 %-й раствор, свежеприготовленный.
8. Углерод четыреххлористый, х.ч.
9. Раствор бромид-бромата, 0,05 М. Растворяют 5 г бромида калия и 1,39 г бромата калия в воде и доводят объём раствора до 1 л.

Посуда: колбы Эрленмейера на 250 мл, бюретка на 25 мл, пипетки на 1, 2 и 25 мл, цилиндры на 10, 25 и 100 мл, баня со льдом.

Методика определения

В колбу Эрленмейера ёмкостью 250 мл с притертой пробкой помещают 25 мл уксусной кислоты, 10 мл четыреххлористого углерода, 2 мл концентрированной соляной кислоты и 25 мл анализируемого циклогексанола. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин в ледяной бане. Затем в колбу добавляют 3 мл бромид-броматного раствора, быстро закрывают ее пробкой и встряхивают содержимое в течение 1 мин. Слегка приоткрывают пробку и быстро вливают в колбу 5 мл йодида калия, закрывают пробкой и перемешивают содержимое колбы энергичным встряхиванием. Добавляют 50 мл воды и опять энергично встряхивают в течение 1 мин. Содержимое колбы титруют раствором тиосульфата натрия, добавляя в конце титрования 1 мл раствора крахмала. Параллельно в тех же условиях и с теми же объемами растворов проводят «холостое» определение (без циклогексанола).

Массовую долю непредельных соединений в пересчете на циклогексен (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_{хол.} - V_{пр.}) \cdot 0,00205 \cdot 100}{25 \cdot \rho},$$

где $V_{хол.}$ и $V_{пр.}$ – объёмы 0,05 М раствора тиосульфата натрия, пошедшие на титрование в «холостом» определении и на титрование анализируемой пробы соответственно, мл; 0,00205 – масса циклогексена, соответствующая 1 мл бромид-броматного раствора концентрации 0,05 М, г; 25 – объём циклогексанола, взятый для анализа, мл; ρ – плотность циклогексанола, г/мл.

Аналогичным образом проводят ещё 5–6 аналитических определений.

Полученные результаты вносят в таблицу (см. раздел 4.2) и проводят статистическую обработку полученных результатов (см. раздел 2.4). С помощью Q -теста проводят выбраковку грубых промахов, рассчитывают доверительный интервал и относительное стандартное отклонение.

3.3. Определение содержания циклогексена кинетическим методом

Как отмечалось в разделе 2.2, влияние побочных реакций на результаты определения ненасыщенных соединений с использованием реакций бромирования может быть учтено с помощью кинетического метода.

Реактивы

1. Циклогексен, 0,08 М раствор в CCl_4 .
2. Раствор бромид-бромата, 0,1 М. Растворяют 10 г бромида калия и 2,78 г бромата калия в воде и доводят объём раствора до 1 л.
3. Четыреххлористый углерод, х. ч.
4. Уксусная кислота ледяная, х. ч.
5. Йодид калия, 20 %-й раствор.
6. Серная кислота, 3 М раствор.
7. Тиосульфат натрия, 0,05 М раствор.
8. Крахмал, 1 %-й раствор.
9. Натрия хлорид, 2 М раствор.

Посуда: колбы Эрленмейера на 250 мл, цилиндры на 10 и 20 мл, пипетки на 2 и 25 мл, бюретка для титрования на 25 мл.

Методика определения

В колбу Эрленмейера ёмкостью 250 мл с притёртой пробкой вносят по 25 мл 0,1 М раствора бромид-бромата. Приливают 5 мл 3 М серной кислоты и выдерживают 2–3 мин до полного высвобождения брома. Затем прибавляют 25 мл раствора циклогексена в CCl_4 и 20 мл ледяной уксусной кислоты. Колбу обёртывают куском тёмной ткани, и содержимое взбалтывают в течение заданного промежутка времени.

После этого прибавляют 15 мл 2 М раствора хлорида натрия и 15 мл 20 %-го раствора йодида калия и взбалтывают в течение 30 с. Выделившийся йод титруют 0,05 М раствором тиосульфата натрия до соломенно-жёлтой окраски, затем добавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синего окрашивания. Измеряют количество 0,05 М раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование.

Проводят 4–5 определений, изменяя продолжительность бромирования в интервале 5–30 мин, а также «холостое» определение, в котором используют 25 мл раствора бромид-бромата.

Содержание циклогексена (c , моль/л) вычисляют по формуле:

$$c = \frac{0,05 \cdot (V_{хол.} - V_{пр.})}{2 \cdot v},$$

где $V_{хол.}$ и $V_{пр.}$ – объёмы 0,05 М раствора тиосульфата натрия, пошедшие на титрование в «холостом» определении и на титрование исследуемого образца соответственно, мл; v – объём раствора циклогексена в четыреххлористом углероде, взятый для анализа, мл; 2 – коэффициент, учитывающий стехиометрию реакции йода с тиосульфатом натрия.

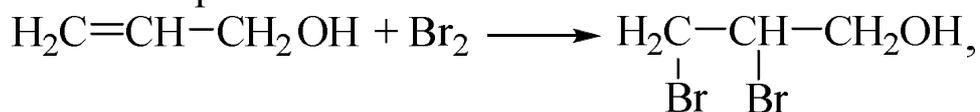
Строят зависимость результатов определений от продолжительности бромирования пробы (см. рис. 1) Отрезок, отсекаемый на оси ординат, соответствует «истинному» содержанию циклогексена в анализируемом растворе.

3.4. Определение аллилового спирта путём бромирования раствором брома в водном бромиде калия

Водный реактив, содержащий бром и избыток бромида калия, легко готовить, и он вполне удовлетворительно хранится. Так как в растворе имеется избыток бромида калия, предполагается, что весь бром содержится в лабильно связанной форме Br^{3-} :

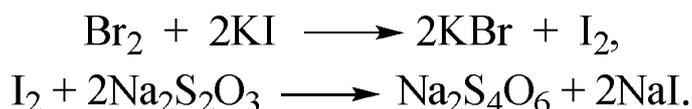


Этот бромирующий агент удобен для анализа кислородсодержащих ненасыщенных соединений, например, аллилового спирта



которые обычно реагируют не полностью в других методах галогенирования. Большинство насыщенных спиртов, кетонов, альдегидов, сложных эфиров и кислот определению заметным образом не мешают.

Обычный способ выполнения метода заключается во взбалтывании пробы со льдом и 65–70%-ным избытком реактива в течение 20 мин и обратном титровании непрореагировавшего брома:



Реактивы

1. Аллиловый спирт, ч. д. а.
2. Бромирующий реагент. Растворяют 35,8 г бромида калия приблизительно в 100 мл воды и прибавляют 17,2 г (5,5 мл) брома. Раствор взбалтывают до полного растворения брома, затем разбавляют водой до 1 л. Титр полученного раствора проверяют на каждом занятии.
3. Йодид калия, 20 %-й раствор, свежеприготовленный.
4. Тиосульфат натрия, 0,1 М раствор.
5. Крахмал, 1 %-й раствор.
6. Лёд.

Посуда: колба Эрленмейера на 100 мл, бюретка для титрования на 25 мл, мерная колба на 50 мл, пипетки на 2, 5, 10 и 15 мл.

Выполнение работы

Приготовление раствора аллилового спирта. Взвешивают на аналитических весах мерную колбу с притертой пробкой на 50 мл с точностью до 0,0002 г, затем помещают в неё 1 мл аллилового спирта, снова взвешивают, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Рассчитывают концентрацию раствора аллилового спирта (моль/л).

Методика определения

В колбу Эрленмейера на 100 мл с притёртой пробкой вносят 5 мл раствора аллилового спирта и 10 мл бромлирующего реагента и встряхивают в течение 20 мин. Затем прибавляют 5 мл 20 %-го раствора йодида калия. Выделившийся йод титруют 0,1 М раствором тиосульфата натрия до соломенно-жёлтого цвета, добавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать тиосульфатом до исчезновения синего окрашивания. Измеряют количество 0,1 М раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование.

Аналогично проводят «холостое» определение без добавления раствора аллилового спирта, используя 10 мл реагента.

Содержание аллилового спирта (c , моль/л) вычисляют по формуле:

$$c = \frac{0,1 \cdot (V_{хол.} - V_{пр.})}{2 \cdot v},$$

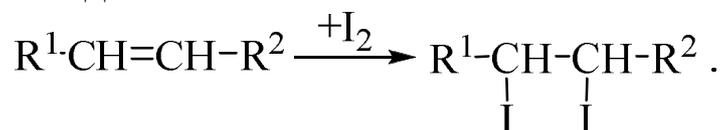
где $V_{хол.}$ и $V_{пр.}$ – объёмы 0,1 М раствора тиосульфата натрия, пошедшие на титрование в «холостом» определении и на титрование исследуемого образца соответственно, мл; v – объём раствора аллилового спирта, взятый для анализа, мл; 2 – коэффициент, учитывающий стехиометрию реакции йода с тиосульфатом натрия.

Аналогичным образом проводят ещё 5–6 аналитических определений.

Полученные результаты вносят в таблицу (см. раздел 4.2) и проводят статистическую обработку полученных результатов (см. раздел 2.4). С помощью Q -теста проводят выбраковку грубых промахов, рассчитывают доверительный интервал и относительное стандартное отклонение. Если расчётное значение концентрации аллилового спирта попадает в доверительный интервал, то это свидетельствует о правильности метода.

3.5. Определение йодного числа растительного масла

Йодное число – это показатель, который характеризует содержание двойных связей в ненасыщенном соединении. В частности, он определяет общую ненасыщенность жиров. Чем выше йодное число, тем больше ненасыщенных кислот содержится в жире. Йодное число – число граммов йода, которое может присоединиться по двойным связям к 100 г органического вещества. Для его определения можно использовать молекулярный йод:



Реактивы

1. Масло растительное.
2. Спирт этиловый или изопропиловый.
3. Йод, 0,2 М спиртовой раствор.
4. Натрия тиосульфат, 0,1 М раствор.
5. Крахмал, 1 %-й раствор.

Посуда: колбы Эрленмейера на 250 мл, бюретка для титрования на 25 мл, цилиндры на 25 и 50 мл.

Методика определения

Колбу Эрленмейера на 250 мл взвешивают на аналитических весах, помещают в неё около 0,15 г растительного масла и вновь взвешивают с точностью 0,0004 г.

Затем в неё добавляют 20 мл этилового или изопропилового спирта для растворения навески жира. Если жир плохо растворяется, можно подогреть колбу на водяной бане.

После растворения жира в колбу прибавляют из бюретки 10 мл 0,2 М спиртового раствора йода, содержимое перемешивают и приливают к нему 50 мл дистиллированной воды. Затем закрывают пробкой и встряхивают.

Через 5 мин содержимое колбы оттитровывают 0,1 М раствором тиосульфата натрия до слабо-желтого окрашивания, а затем добавляют 1 мл раствора крахмала и титруют до исчезновения синего окрашивания. Параллельно проводят «холостое» определение (без навески жира). Разность между количеством 0,1 М раствора тиосульфата натрия, затраченного на титрование опытного и «холостого» определения позволяет вычислить йодное число (X , г йода на 100 г жира) по формуле

$$X = \frac{(V_{np.} - V_{хол.}) \cdot 0,0127}{g} \cdot 100,$$

где $V_{хол.}$ и $V_{np.}$ – объёмы 0,1 М раствора тиосульфата натрия пошедшие на титрование «холостого» определения и на титрование навески жира соответственно, мл; 0,0127 – количество граммов йода, эквивалентное 1 мл 0,1 М раствора тиосульфата натрия; g – навеска жира, г.

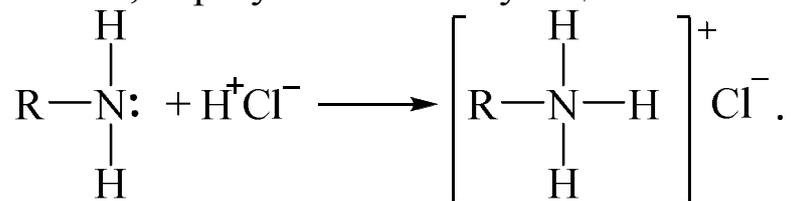
Аналогичным образом проводят ещё 5–6 аналитических определений.

Результаты определений вносят в таблицу (см. раздел 4.2) и проводят их статистическую обработку (см. раздел 2.4). С помощью Q -теста проводят выбраковку грубых промахов, рассчитывают доверительный интервал и относительное стандартное отклонение.

3.6. Количественное определение диэтанолamina методом прямого титрования

Некоторые амины (главным образом алифатические) хорошо растворимы в воде и проявляют достаточно сильные основные свойства. Такие амины реагируют в водной среде с

сильными кислотами (например, с соляной кислотой) стехиометрически, образуя соответствующие соли аминов:



Благодаря этому возможно наблюдение резкой конечной точки титрования визуально. Количество израсходованной на титрование кислоты является мерой количества амина.

Реактивы

1. Диэтаноламин.
2. Соляная кислота, 0,1 М раствор.
3. Смешанный индикатор (10 мл 0,1 %-го спиртового раствора бромкрезолового зеленого и 2 мл 0,1 %-го спиртового раствора метилового красного). Свежие растворы каждого индикатора и их смесь готовят один раз в две недели.

Посуда: колбы Эрленмейера на 100 мл, бюретка на 25 мл, мерная колба на 50 мл, пипетки на 1 и 5 мл, цилиндр на 25 мл.

Выполнение работы

Приготовление раствора диэтанолamina. Взвешивают на аналитических весах мерную колбу с притертой пробкой на 50 мл с точностью до 0,0002 г, затем помещают в нее 1 мл диэтанолamina, снова взвешивают, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Рассчитывают концентрацию раствора диэтанолamina (моль/л).

Методика определения

В колбу Эрленмейера ёмкостью 100 мл с притертой пробкой вносят 20 мл воды, 2–3 капли смешанного индикатора и нейтрализуют содержимое колбы, прибавляя по каплям соляную кислоту до исчезновения зеленой окраски. Затем в колбу вносят 5 мл анализируемого раствора, диэтанолamina и титруют 0,1 М

соляной кислотой до исчезновения зеленого окрашивания. Содержание диэаноламина (c , моль/л) вычисляют по формуле:

$$c = \frac{0,1 \cdot V}{v},$$

где V – объём 0,1 М соляной кислоты, пошедший на титрование анализируемого раствора, мл; 0,1 – молярность кислоты, моль/л; v – объём анализируемой пробы, мл.

Аналогичным образом проводят ещё 5–6 аналитических определений.

Полученные результаты вносят в таблицу (см. раздел 4.2) и проводят статистическую обработку полученных результатов (см. раздел 2.4). С помощью Q -теста проводят выбраковку грубых промахов, рассчитывают доверительный интервал и относительное стандартное отклонение.

3.7. Изучение правильности определения содержания азота в сульфате анилина по Кьельдалю методом «взято-найдено»

По методу Кьельдаля аминогруппу переводят в ион аммония нагреванием образца с концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора:



При нейтрализации получающейся смеси гидроокисью натрия образуется аммиак:



Его выделяют из раствора перегонкой с водяным паром, собирают в 4 %-ном растворе борной кислоты и определяют титрованием раствором соляной кислоты:



Для аналитических измерений удобнее использовать не сам анилин, а более устойчивые соли анилина, например, сульфат анилина.

Реактивы

1. Сульфат анилина ($C_6H_5NH_2 \cdot H_2SO_4$), ч. д. а.
2. Соляная кислота, 0,1 М раствор.

3. Серная кислота концентрированная, х. ч.
4. Катализатор: смесь сульфата калия (1 часть) и сульфата меди (3 части).
5. Натрия гидроксид, 40 %-й раствор.
6. Борная кислота, 4 %-й раствор. Растворяют 20 г борной кислоты (кристаллической) в 500 мл кипящей дистиллированной воды.
7. Смешанный индикатор. Готовят отдельно 0,1%-ные растворы бромкрезолового зеленого и метилового красного в 95%-ном этиловом спирте. Затем смешивают 10 мл раствора бромкрезолового зеленого с 2 мл раствора метилового красного в темной склянке.
8. Универсальная индикаторная бумага.

Посуда: колба Кьельдаля на 100 мл, круглодонная колба на 250 мл, насадка Кляйзена, холодильник, алонж с барботёром, конические колбы на 250 мл.

Выполнение работы

Приготовление раствора сульфата анилина. Взвешивают на аналитических весах мерную колбу с притертой пробкой ёмкостью 50 мл с точностью до 0,0002 г, затем помещают в нее около 3 г сульфата анилина, снова взвешивают, записывая результат с той же точностью. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают до полного растворения соли. Рассчитывают концентрацию раствора сульфата анилина (моль/л).

Методика определения

Внимание! Работу проводить в вытяжном шкафу!

Минерализация. В колбу Кьельдаля помещают 5 мл приготовленного раствора. Затем осторожно добавляют в неё 10 мл концентрированной H_2SO_4 и 0,1 г катализатора. Содержимое колбы перемешивают, колбу закрепляют под углом около 30° , таким образом, чтобы длинное горло колбы не нагревалось и выполняло функцию воздушного холодильника.

Полученную смесь нагревают на плитке. После испарения большей части воды она становится коричневой, а затем снова светлеет. Нагрев продолжают еще 5 мин и охлаждают колбу.

Определение содержания аминного азота. Содержимое колбы Кьельдаля количественно (с помощью 3×20 мл дистиллированной воды) переносят в перегонную колбу на 250 мл и собирают установку для отгонки аммиака (рис. 2).

В приёмную колбу вносят около 50 мл 4 %-го раствора H_3BO_3 . Барботёр алонжа должен быть погружён в раствор борной кислоты.

В перегонную колбу с минерализатом через насадку Кляйзена быстро приливают 50 мл 40 %-го раствора NaOH (для создания щелочной среды), сразу же закрывают пробку и начинают перегонку. Окончание перегонки определяют по нейтральной реакции дистиллята ($\text{pH}=7$ по универсальному индикатору) на выходе из холодильника. После окончания перегонки алонж ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды, которую сливают в приемник.

Содержание поглощённого аммиака в приёмнике определяют титрованием 0,1 М раствором HCl 2–3 каплей смешанного индикатора до исчезновения синего окрашивания. Измеряют количество 0,1 М раствора HCl , пошедшее на титрование.

Концентрацию сульфата анилина (c , моль/л) в анализируемом растворе вычисляют по формуле:

$$c = \frac{V \cdot 0,1}{5},$$

где V – объём 0,1 М раствора HCl , пошедший на титрование анализируемого образца мл; 0,1 – молярность раствора HCl ; 5 – объём анализируемого раствора, мл.

Аналогичным образом проводят ещё 4–5 аналитических определений.

Результаты определений вносят в таблицу (см. раздел 2.4) и проводят их статистическую обработку (см. раздел 2.4). С помощью Q -теста проводят выбраковку грубых промахов, рассчитывают доверительный интервал и относительное стандартное отклонение.

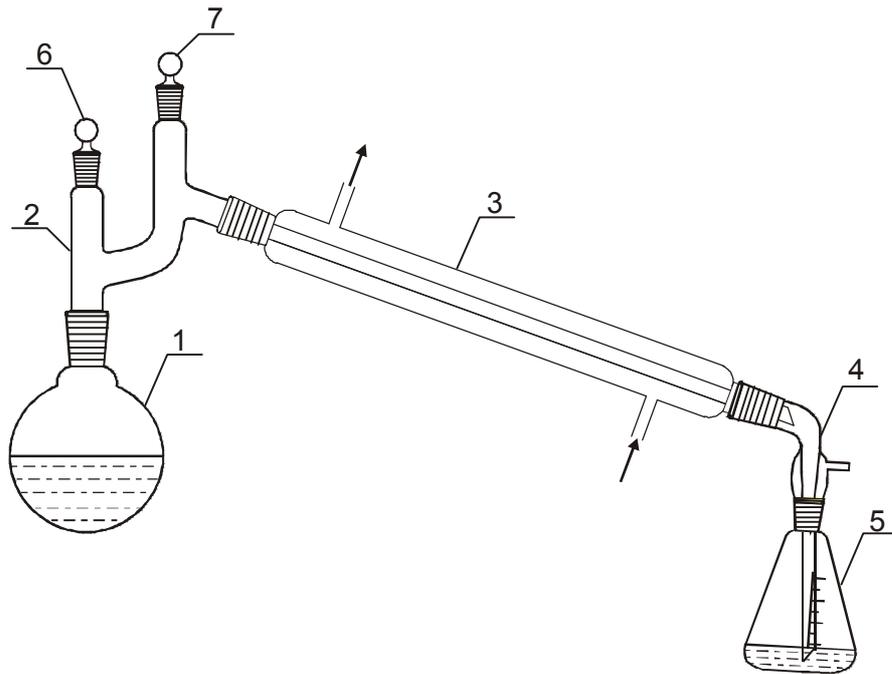


Рис. 2. Установка для отгонки аммиака:

1 – круглодонная колба, 2 – насадка Кляйзена, 3 – холодильник, 4 – алонж с барботёром, 5 – приемник, 6,7 – пробки

Если расчётное значение концентрации сульфата анилина в приготовленном растворе входит в доверительный интервал, то при принятой доверительной вероятности метод правильный.

4. ПРАВИЛА ВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА И ФОРМА ОТЧЁТА

4.1. Лабораторный журнал

В качестве рабочего лабораторного журнала необходимо использовать тетрадь на 24 – 48 с., в которой сразу же пронумеровать страницы.

На титульном листе должны содержаться:

- надпись «Лабораторный журнал по»;
- название дисциплины;
- Ф.И.О. студента;
- номер группы;

- название института;
- название кафедры.

Все записи при выполнении лабораторной работы должны вестись исключительно в лабораторном журнале ручкой; при этом необходимо стремиться к сочетанию краткости записей с их исчерпывающей полнотой. **Категорически запрещается делать записи на отдельных листках бумаги!** Лабораторный журнал является одновременно и черновиком, и чистовиком. Его следует вести самым аккуратным образом. Здесь и только здесь производятся все записи при выполнении лабораторной работы, в том числе прикидочные расчеты и предварительные результаты. Наличие таких записей позволяет в любой момент проверить правильность выполнения расчетов или выявить источник ошибки при выполнении лабораторной работы.

Нельзя ничего стирать и исправлять в журнале: в случае ошибки цифру или слово следует зачеркнуть, проставив исправленное над зачеркнутым или рядом с ним. Все исправления в журнале должны делаться так, чтобы предыдущий результат оставался читаемым. Рядом с исправлением следует указывать, в чем состоит причина исправления («неправильный расчет», «повторный результат» и т. д.). Если неправильным оказался большой материал, не надо вырывать страницы из журнала: достаточно перечеркнуть их по диагонали, указав причину вычеркивания.

В случае отсутствия лабораторного журнала, преподаватель ставится в известность в начале занятия, подписывается у него отдельный листок, который в последующем, со всеми полученными данными, вклеивается в лабораторный журнал.

Для ведения черновых записей рекомендуется использовать левые страницы журнала, для оформления отчета и чистовых записей – правые.

4.2. Отчет по лабораторной работе

Отчет по лабораторной работе оформляется в лабораторном журнале и должен состоять из следующих разделов:

- дата выполнения и название лабораторной работы;

- цель работы;
- краткое теоретическое введение:
 - уравнения химических реакций,
 - расчетные формулы результата анализа,
 - предварительные расчёты, необходимые для выполнения работы (например, расчет массы навески, объёма титранта и т.п.);
 - краткое описание свойств веществ, используемых в работе, и обоснование их выбора для выполняемого анализа;
- оборудование и реактивы (приводятся названия и характеристики использованных в работе приборов, стеклянной посуды и реактивов);

Для всех средств измерений (мерные колбы, пипетки, бюретки, весы, растворы точной концентрации) приводятся метрологические характеристики согласно их маркировке или справочным данным.

Для веществ, используемых в качестве стандарта, приводится степень чистоты или характеристика, её заменяющая.

Если в качестве титранта или вторичного стандарта используется собственный раствор, полученный и стандартизованный в рамках другой лабораторной работы, то приводится ссылка на соответствующую страницу журнала.

Для оборудования, посуды и реактивов, используемых в качестве вспомогательных, достаточно общего описания (для растворов – номинальных концентраций).

- экспериментальные результаты;

Результаты работы оформляются, как правило, в виде таблиц, содержащих исходные данные и результаты вычислений, каждая таблица должна иметь название. Экспериментальные данные последовательно заносятся в соответствующие столбцы таблицы; в верхней части столбца обязательно указывается наименование и единица измерения приведенной величины. Каждое число в таблице должно содержать не больше и не меньше значащих цифр, чем позволяет точность экспериментальных данных.

Приводятся все расчетные формулы (без вывода) как в символьном виде, так и с подставленными числами и рассчитываются результаты определения.

- статистическая обработка результатов анализа;

В этом разделе приводится обоснование выбраковки отдельных результатов анализа, являющихся грубыми ошибками (достаточно расчетов по Q -критерию). А также приводятся формулы (без вывода) и результаты расчета погрешности анализа.

Необходимо рассчитать:

- значение Q -критерия для максимального и минимального значений результатов измерения,
- среднее значение результата анализа,
- стандартное отклонение выборки,
- относительное стандартное отклонение,
- стандартное отклонение среднего значения,
- доверительный интервал среднего значения (для доверительной вероятности $P=95\%$).

- выводы.

Выводы формулируются, исходя из цели работы, и содержит в себе результат анализа вместе с его абсолютной погрешностью, выраженной доверительным интервалом. В доверительном интервале достоверной является лишь одна значащая цифра (если эта цифра 1, то приводится две значащие цифры). Среднее значение измеряемой величины округляется до разряда, оставшегося в абсолютной погрешности после округления. Например, при определении концентрации серной кислоты вы получили среднее значение молярной концентрации 0,101235 моль/л и доверительный интервал ($n=5$, $P=95\%$) 0,000855 моль/л. Конечный результат следует записать 0,1012±0,0009 моль/л.

Разделы, предшествующие разделу «Экспериментальные результаты», оформляются перед лабораторной работой и представляются преподавателю. После собеседования обучающийся получает допуск к работе, который отражается в учётном листе (табл. 3).

Последующие разделы оформляются непосредственно на лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе сдается преподавателю на проверку **не позже, чем через неделю после выполнения работы.**

Форма учётного листа

№	Наименование лабораторной работы	Допуск к работе	Отметка о выполнении работы		Защита работы
			Преподаватель	Учебный мастер	
1.					
2.					

5. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

При выполнении работ в лаборатории органического анализа необходимо соблюдать общие правила работы в химической лаборатории. Особое внимание уделить следующим положениям:

1. Работать одному в лаборатории строго запрещается.
2. Нельзя работать в лаборатории без халата. Он должен быть сшит только из хлопчатобумажной ткани.
3. На лабораторном столе нельзя держать посторонние вещи (портфель, сумку, головной убор, одежду, книги и т. д.). Они должны находиться в специальном месте.
4. В лаборатории категорически запрещается пить воду, принимать пищу, курить.
5. Работая в лаборатории, следует соблюдать тишину, чистоту и порядок на рабочем месте.
6. Приступая к анализу, следует предварительно ознакомиться со свойствами веществ, необходимых для работы.
7. Необходимо внимательно прочитать надпись на этикетке посуды, в которой содержится вещество, необходимое для работы. Пользоваться реактивами без этикеток (или с нечетко написанными этикетками) запрещается.
8. Нельзя брать химические вещества незащищенными руками. Сыпучие реактивы следует отбирать сухим шпателем или специальной ложкой.

9. Категорически запрещается всасывать ртом в пипетку растворы кислот, едких щелочей и аммиака.
10. Измельчение твердых гидроксидов калия, натрия, кальция, а также сульфида натрия разрешается проводить только в вытяжном шкафу. При этом необходимо надеть защитные очки и резиновые перчатки, а волосы накрыть косынкой (шапочкой).
11. С ядовитыми, раздражающими органы дыхания и сильно пахнущими веществами необходимо работать только в вытяжном шкафу. При этом следует надеть защитные очки и резиновые перчатки, а при необходимости – противогаз.
12. Не пробуйте химические вещества на вкус. При исследовании запаха жидкости нужно осторожно направлять к себе ее пары легким движением ладони.
13. Концентрированные кислоты, щелочи, ядовитые и сильно пахнущие вещества следует хранить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу. Концентрированные соляную и азотную кислоты разрешается переливать (добавлять) только в вытяжном шкафу. Там же производится нейтрализация кислот аммиаком, а также работа с сероводородом.
14. При разбавлении кислоты (особенно серной) необходимо осторожно, небольшими порциями, при постоянном перемешивании прибавлять ее к воде (а не наоборот). При этом глаза должны быть защищены очками.
15. Растворение проб в кислотах или щелочах следует проводить только в вытяжном шкафу.
16. Работу с органическими растворителями (эфир, спирт, ацетон, бензол и др.) следует проводить вдали от источника открытого огня (горелки, электрические плитки, муфельные печи).
17. Нагревая фильтраты на электрической плитке или водяной бане, необходимо их тщательно перемешивать во избежание выброса кипящей жидкости в лицо.
18. Нельзя держать при нагревании пробирку или колбу отверстием к себе или в сторону стоящего рядом человека. Легковоспламеняющиеся и взрывоопасные жидкости нужно

- обязательно хранить в металлических шкафах в количестве, не превышающем ежедневной потребности.
19. Работа с незаземленными электроприборами запрещена!
 20. Будьте осторожны при работе с центрифугой. Устанавливаемые пробирки должны быть попарно уравновешены. Не прикасайтесь руками к вращающемуся ротору центрифуги. Нельзя включать центрифугу со снятой предохранительной крышкой.
 21. Перед уходом из лаборатории обязательно вымойте руки с мылом и вытрите их чистым полотенцем.

6. САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА

Самостоятельная работа заключается в самостоятельном изучении теоретического материала (темы приведены в рабочей программе курса), подготовке к лабораторным работам и оформлении отчетов.

7. ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ ПО КУРСУ «ОСНОВЫ ОРГАНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА»

Опрос 1

1. Каковы предмет и задачи курса «Основы органического анализа».
2. Приведите примеры способов определения углерода и водорода в органических соединениях.
3. Приведите примеры способов определения азота в органических соединениях.
4. Приведите примеры способов определения серы в органических соединениях.
5. Приведите примеры способов определения фосфора в органических соединениях.

Опрос 2

1. Дайте определение понятию «функциональная группа».
2. Каковы химические основы определения функциональных групп.
3. Перечислите основные проблемы избирательности определения.

4. Приведите классификацию и пределы применимости аналитических методов.
5. Перечислите особенности анализа сложных смесей органических соединений.

Опрос 3

1. Перечислите критерии выбора неподвижные фазы.
2. Каковы требования, предъявляемые к носителям.
3. Приведите основные методы приготовления насадок и набивки колонок.
4. Перечислите методы идентификации хроматографических пиков.
5. Укажите принцип метода, области применения, недостатки тонкослойной хроматографии (ТСХ).
6. Укажите принцип метода, области применения и недостатки жидкостной хроматографии.

Опрос 4

1. Дайте определение понятию кислотное число.
2. Перечислите методы получения сложных эфиров для ГЖХ анализа.
3. Дайте определение понятию эфирное число.
4. Перечислите методы определения амидной функциональной группы.
5. Перечислите методы определения нитросоединений, основанные на восстановлении.

8. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какие цели и задачи стоят перед органическим функциональным анализом?
2. Какие ненасыщенные углерод-углеродные функциональные группы Вы знаете?
3. Какие кислородсодержащие функциональные группы Вы знаете?
4. Какие реакции лежат в основе методов определения ненасыщенных функциональных групп?
5. Какие недостатки свойственны методам, основанным на присоединении брома?

6. Какие соединения мешают определению ненасыщенных функциональных групп?
7. Что такое критерий Стьюдента и в каких случаях он применяется?
8. Для чего применяют Q-тест (критерий)?
9. Что такое доверительный интервал?
10. Что такое доверительная вероятность?

9. ТЕМЫ КОНТРОЛЬНЫХ РАБОТ (для студентов заочной формы обучения)

1. Функциональные группы в органическом анализе. Типы реакций, используемых для их определения.
2. Определение ненасыщенных углерод-углеродных функциональных групп.
3. Особенности определения ацетиленов и его гомологов.
4. Определение гидроксильных функциональных групп.
5. Особенности определения аминных групп.
6. Определение карбоксильных функциональных групп.
7. Определение сложноэфирных функциональных групп.
8. Совместное определение карбоксильных и сложноэфирных функциональных групп.
9. Количественное определение производных карбоновых кислот.
10. Определение эпоксидных функциональных групп.
11. Определение пероксидных соединений.
12. Особенности определения фенолов.
13. Определение азотсодержащих функциональных групп.
14. Определение серосодержащих функциональных групп.
15. Особенности определения кислородсодержащих групп в присутствии пероксидных соединений.

Правила для оформления контрольной работы.
Контрольная работа оформляется в форме реферата в рукописном или печатном виде на листах формата А4. Реферат должен состоять из содержания, введения, основной части, выводов и списка литературы. Основная часть формируется по

усмотрению студента с привлечением Интернет-ресурсов. Титульный лист оформляют в печатном виде либо от руки.

При оформлении работы в печатном виде необходимо установить параметры страницы; верхнее и нижнее поля – 2 см, левое поле – 3 см, правое поле – 1,5 см; колонтитулы от края – 1,25 см; ориентация – книжная (для отдельных страниц допустима альбомная ориентация). Шрифт Times New Roman, размер – 14, междустрочный интервал – одинарный, перенос слов в документе – автоматический. Нумерация страниц: положение – вверху страницы, выравнивание – от центра.

Если в реферате одна таблица или рисунок, то они не нумеруются. Подписи к таблицам и рисункам выравнивают по центру, линии и размеры обозначений рисунков должны быть четкими и распознаваемыми.

Ссылки на литературу приводятся в тексте в квадратных скобках (пример: [1] или [3, с. 11–15]). В списке литературы, размещаемом в конце реферата, указываются:

- для книг – фамилия и инициалы автора, полное название книги / инициалы и фамилии автора и соавторов. – место издания: издательство, год издания. – число страниц;
- для статей – фамилия и инициалы автора, название статьи / инициалы и фамилии автора и соавторов // название журнала. – год издания. – том, номер. – первая и последняя страницы статьи;
- для электронных ресурсов – фамилия и инициалы автора, название [Электронный ресурс] / инициалы и фамилии автора и соавторов. – Режим доступа: <http://www...> – Загл. с экрана.

Объем реферата должен составлять 10 – 20 страниц.

Литература, рекомендуемая для работы над рефератом:

1. Сиггия, С. Количественный органический анализ по функциональным группам / С. Сиггия, Дж. Г. Ханна; пер. с англ. А. П. Сергеева. – М.: Химия, 1983. – 671 с.
2. Инструментальные методы анализа функциональных групп органических соединений / Дж. Г. Ханна [и др.]; под ред. С. Сиггия; пер. с англ. С. А. Орловского; под ред. В. Г.

- Березкина. – М.: Мир, 1974. – 464 с.
3. Черонис, Н. Д. Микро- и полумикрометоды органического функционального анализа / Н. Д. Черонис, Т. С. Ма; пер. с англ. А. Л. Либермана; под ред. В. А. Климовой. – М.: Химия, 1973. – 576 с.
 4. Критчфилд, Ф. Анализ основных функциональных групп в органических соединениях / Ф. Критчфилд; пер. с англ. М. А. Володиной. – М.: Мир, 1965. – 207 с.
 5. Климова, В. А. Основные микрометоды анализа органических соединений / В. А. Климова. – М.: Химия, 1975. – 224 с.
 6. Эшворт, М. Р. Ф. Титриметрические методы анализа органических соединений. Методы прямого титрования / М. Р. Ф. Эшворт; пер. с англ. Д. А. Крешкова. – М.: Химия, 1968. – 555 с.
 7. Эшворт, М. Р. Ф. Титриметрические методы анализа органических соединений. Часть II. Методы косвенного титрования / М. Р. Ф. Эшворт; пер. с англ. Д. А. Крешкова. – М.: Химия, 1972. – 1107 с.

10. СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Васильев, В. П. Аналитическая химия: в 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа: учебник для студентов вузов, обучающихся по хим.-технолог. специальностям. – М.: Дрофа, 2009. – 384 с. Режим доступа: <http://www.biblioclub.ru/book/53422/>
2. Васильев, В. П. Аналитическая химия: в 2 кн. Кн. 1 Титриметрические и гравиметрический методы анализа: учебник для студентов вузов, обучающихся по хим.-технолог. специальностям. – М.: Дрофа, 2009. – 368 с. Режим доступа: <http://www.biblioclub.ru/book/53423/>
3. Справочное руководство по аналитической химии и физико-химическим методам анализа [Электронный ресурс]: учеб. пособие / И. В. Тикунова [и др.]. – М.: Абрис, 2012. – 413 с. Режим доступа: <http://www.biblioclub.ru/book/117527/>

СОДЕРЖАНИЕ

1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ	1
2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	1
2.1. Понятие о функциональных группах и принципах функционального анализа	1
2.2. Определение содержания ненасыщенных углерод-углеродных связей	3
2.3. Определение аминогруппы	7
2.4. Обработка результатов аналитических измерений	8
3. МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ	10
3.1. Определение воспроизводимости бромид-броматного метода при анализе циклогексена	10
3.2. Определение примеси циклогексена в техническом циклогексаноле	12
3.3. Определение содержания циклогексена кинетическим методом	14
3.4. Определение аллилового спирта путём бромирования раствором брома в водном бромиде калия	16
3.5. Определение йодного числа растительного масла	18
3.6. Количественное определение диэтанолamina	19
3.7. Изучение правильности определения содержания азота в сульфате анилина по Кьельдалю методом «взято-найдено»	21
4. ПРАВИЛА ВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА И ФОРМА ОТЧЁТА	24
4.1. Лабораторный журнал	24
4.2. Отчет по лабораторной работе	25
5. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА	28
6. САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА	30
7. ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ ПО КУРСУ «ОСНОВЫ ОРГАНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА»	30
8. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ	31
9. ТЕМЫ КОНТРОЛЬНЫХ РАБОТ (для студентов заочной формы обучения)	32
10. СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	34

Составители

Александр Львович Перкель
Светлана Геннадьевна Воронина

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕНАСЫЩЕННЫХ И АЗОТСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

Методические указания к лабораторному практикуму
и самостоятельной работе по дисциплине
«Основы органического анализа» для магистров направления подготовки
240100 «Химическая технология» профиля «Технология продуктов
основного органического и нефтехимического синтеза», для аспирантов
специальности 020003 «Органическая химия» и по дисциплине
«Аналитическая химия органических веществ» для аспирантов
специальности 051704 «Технология органических веществ»
всех форм обучения

Печатается в авторской редакции

Рецензент к.х.н., доцент Ю. В. Непомнящих

Подписано в печать 15.11.2013. Формат 60×84/16.

Уч.-изд. л. 1,9. Бумага офсетная. Отпечатано на ризографе.

Тираж 40 экз. Заказ

КузГТУ. 650000, Кемерово, ул. Весенняя, 28.

Полиграфический цех КузГТУ. 650000, Кемерово, ул. Д. Бедного, 4а.