

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«КУЗБАССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени Т. Ф. ГОРБАЧЕВА»

Кафедра химии, технологии неорганических веществ
и наноматериалов

Автор
И. П. Горюнова

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

**Методические указания к лабораторным работам
для аспирантов всех форм обучения**

Рекомендованы учебно-методической комиссией
направления подготовки 04.06.01 «Химические науки»
в качестве электронного издания для использования
в учебном процессе

Кемерово 2016

Рецензенты:

Ченская В. В. – кандидат химических наук, доцент кафедры химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов

Черкасова Т. Г. – доктор химических наук, профессор, председатель учебно-методической комиссии направления подготовки аспирантов 04.06.01 «Химические науки»

Горюнова Ирина Петровна. Методы исследования неорганических веществ [Электронный ресурс] : методические указания к лабораторным работам для аспирантов направления подготовки 04.06.01 «Химические науки» всех форм обучения / И. П. Горюнова; КузГТУ. – Электрон. дан. – Кемерово, 2016. – Систем. требования : Pentium IV; ОЗУ 8 Мб; Windows 2010; мышь. – Загл. с экрана.

Материал, содержащийся в электронном издании, представляет методические указания к выполнению лабораторных работ аспирантов.

© КузГТУ, 2016

© И. П. Горюнова, 2016

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	3
План лабораторных работ.....	5
Лабораторная работа №1. Определение физико-химических характеристик неорганических веществ	5
Лабораторная работа №2. ИК-спектроскопическое исследование строения неорганических веществ. Анализ ИК-спектров	27
Лабораторная работа №3. Физико-химическое исследование показателей качества дистиллированной воды	32

ВВЕДЕНИЕ

Данные методические указания составлены в соответствии с программой по дисциплине «Методы исследования неорганических веществ» и предназначены для аспирантов очной и заочной форм обучения, обучающихся по направлению 04.06.01 «Химические науки».

Цели методических указаний:

- закрепление теоретических основ курса;
- формирование навыков постановки химического эксперимента при проведении исследований неорганических соединений.

В методических указаниях даны теоретические сведения, необходимые для выполнения лабораторных работ.

В качестве основной литературы при изучении дисциплины рекомендованы учебники и электронные ресурсы:

1. Васильева, В. И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство [Электронный ресурс] : учеб. пособие для студентов вузов / В. И. Васильева [и др.]; под ред. В. Ф. Селеменева, В. Н. Семенова. – СПб. : Лань, 2014. – 416 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=50168

2. Лебухов, В. И. Физико-химические методы исследования [Электронный ресурс] : учебник / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова; под ред. А. И. Окара. – Санкт-Петербург : Лань, 2012. – 480 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4543

В качестве дополнительной литературы рекомендованы учебники и электронные ресурсы:

3. Федотов, М. А. Ядерный магнитный резонанс в неорганической и координационной химии : Растворы и жидкости [Электронный ресурс]. – М. : Физматлит, 2010. – 381 с.

<http://www.biblioclub.ru/book/76645>

4. Физические методы исследования неорганических веществ : учеб. пособие для студентов, обучающихся по специальности 020101 «Химия» направления подготовки 020100 «Химия» / Т. Г. Баличева [и др.]; под ред. А. Б. Никольского. – М. : Академия, 2006. – 448 с.

5. Накамото, К. ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений / пер. с англ. Л. В. Христенко; под ред. Ю. А. Пентина. – М. : Мир, 1991. – 535 с.

6. Лесс, В. Р. Практическое руководство для лаборатории. Специальные методы / пер. с нем. под ред. И. Г. Зенкевича [и др.] – СПб. : Профессия, 2011. – 472 с.

7. Аналитическая химия: в 3 т. Т. 1. Методы идентификации и определения веществ : учебник для студентов вузов, обучающихся по специальности «Химия» / А. А. Белюстин [и др.]; под ред. Л. Н. Москвина. – М. : Академия, 2008. – 576 с.

8. Карпов, Ю. А. Аналитический контроль в металлургическом производстве : учеб. пособие для студентов вузов, обуч. по направлению подготовки бакалавров «Металлургия» и направлению подготовки дипломир. специалистов «Металлургия» / Ю. А. Карпов, А. П. Савостин, В. Д. Сальников. – М. : Академкнига, 2006. – 352 с.

9. Мак-Махон, Д. Аналитические приборы. Руководство по лабораторным, портативным и миниатюрным приборам / пер. с англ. под ред. Л. Н. Москвина. – СПб. : Профессия, 2009. – 352 с.

10. Порай-Кошиц, М. А. Основы структурного анализа химических соединений : учеб. пособие для хим. специальностей ун-тов. – М. : Высшая школа, 1989. – 191 с.

11. Иоффе, Б. В. Физические методы определения строения органических соединений / Б. В. Иоффе, Р. Р. Костиков, В. В. Разин. – М. : Высшая школа, 1984. – 336 с.

12. Терещенко, А. Г. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы / А. Г. Терещенко, Н. П. Пикула, Т. В. Толстихина. – Москва : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. – 312 с.

13. Сажин, С. Г. Приборы контроля состава и качества технологических сред [Электронный ресурс] : учеб. пособие / С. Г. Сажин. – СПб. : Лань, 2012. – 432 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=3552

План лабораторных работ

Неделя семестра	Наименование работы	Объем в часах	
		Очная форма	Заочная форма
1	Определение основных физико-химических характеристик неорганических веществ	4	
3	ИК-спектроскопическое исследование строения неорганических веществ. Анализ ИК-спектров	4	
5	Физико-химическое исследование показателей качества дистиллированной воды	4	4
7	Защита лабораторных работ	4	2
Итого		16	6

Лабораторная работа №1.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Изучить методы определения основных физико-химических характеристик неорганических веществ.

2. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Каждое чистое химическое вещество обладает строго определёнными физико-химическими характеристиками, важнейшими из которых являются температуры плавления и кипения, плотность, вязкость, растворимость, показатель преломления. Определение этих характеристик и сопоставление их с литературными данными даёт возможность идентифицировать полученное в лаборатории вещество и оценить степень его чистоты.

Температурой плавления соединения называют температуру, при которой его твёрдая фаза находится в равновесии с собственным расплавом. Чистые вещества обладают чётко выраженной температурой плавления. Наличие примесей в веществе обычно понижает значение температуры плавления.

Определение температуры плавления проводят следующими методами:

- визуально-политермическим;
- путём записи кривой нагревания.

По первому из указанных методов вещество, находящееся в прозрачной ёмкости, нагревают вместе с датчиком температуры (термометром или термопарой, присоединённой к милливольтметру) и наблюдают за изменениями внешнего вида образца.

Температурой плавления считают показания датчика температуры в момент появления жидкой фазы. Самая простая разновидность этого метода, применяемая в лабораториях, заключается в наблюдении за нагреванием порошка вещества в капилляре, прикреплённом к шартику ртутного термометра. Таким способом исследуют вещества, которые плавятся в интервале от $+20$ до $+360^{\circ}\text{C}$.

Метод записи кривой нагревания более сложен в аппаратном оформлении, однако позволяет судить не только о плавлении. Кривая нагревания отражает любые изменения в исследуемом веществе, связанные с поглощением или выделением теплоты (фазовые превращения, химические реакции). Этот метод применяют в широком интервале температур: от сверхнизких, близких к абсолютному нулю, до 3000°C .

Температура плавления вещества является его индивидуальным признаком, а также показателем чистоты.

За **температуру кипения** вещества принимают температурный интервал при перегонке вещества, при этом всегда указывают давление, при котором проводилось определение.

В отличие от температуры плавления, температура кипения менее существенно зависит от присутствия в исследуемом веществе незначительных количеств примесей. Поэтому температуру кипения используют не в качестве критерия чистоты, а в целях идентификации веществ. При этом обязательно учитывают по-

правку на разницу в давлениях, при которых определялись сравниваемые значения температур.

Температуру кипения определяют при помощи эбуллиометров. Принцип их действия основан на том, что жидкость нагревают с обратным холодильником до кипения и измеряют температуру насыщенного пара, находящегося в равновесии с жидкостью. При соответствующей конструкции исключают тепловые потери и перегрев паров. Однако для работы в таких приборах обычно необходимы большие количества вещества (по меньшей мере, не менее 20 см^3).

При наличии малых количеств веществ используют метод Сиволобова. Пробу вещества помещают в трубку диаметром около 6 мм. В эту же трубку вставляют открытым концом капилляр, запаянный на расстоянии 1 см от нижнего края. Трубку с капилляром закрепляют с помощью резинового кольца на термометре прибора для определения температуры плавления. По мере приближения к температуре кипения из капиллярной трубки начинают выделяться пузырьки воздуха. Температурой кипения считают показания термометра в тот момент, когда образуется равномерная цепочка пузырьков пара или когда такая цепочка обрывается при охлаждении, и жидкость внезапно начинает засасываться в капилляр. Точность определения температуры кипения составляет $\pm 1-2^\circ\text{C}$.

Источниками ошибок при проведении измерений температуры кипения, искажающими её истинное значение, обычно являются недостатки прибора (неправильное положение термометра), неточные поправки для показаний термометра, неверно измеренное давление, перегрев паров.

Плотность – одна из важнейших характеристик вещества, которая позволяет идентифицировать соединения, обнаружить наличие примесей, предсказать некоторые физические свойства веществ. Плотность – это масса единицы объёма вещества. Определение плотности сводится к определению массы тела и его объёма.

Плотность жидких веществ определяют с помощью ареометров, гидростатических весов и пикнометров разного устройства. Плотность вязких жидкостей находят методом взвешенных капель. Ареометром определяют плотность светлых и тёмных жидкостей,

имеющих вязкость (кинематическую) $\nu \leq 200 \text{ мм}^2/\text{с}$ при 50°C , пикнометром – плотность всех жидких веществ, этот метод наиболее точен. Метод взвешенных капель применяют для определения плотности парафинов, асфальтенов и высоковязких масел.

Методы определения плотности твёрдых тел основываются чаще всего на погружении тела в жидкость с известной плотностью – воду или органический растворитель (этанол, гексан, толуол, тетрахлорид углерода и др.) и расчёте объёма вытесненной исследуемым телом жидкости. Рабочая (пикнометрическая или иммерсионная) жидкость не должна взаимодействовать с изучаемым веществом. Для получения точных результатов рабочая жидкость должна иметь большую плотность и хорошо смачивать поверхность вещества. При измерениях необходимо тщательное удаление пузырьков воздуха с поверхности образца. Хорошие результаты получаются в случае измерения плотности монокристаллов, имеющих правильную форму.

Различают пикнометрический метод определения плотности веществ и метод гидростатического взвешивания.

Для определения плотности вещества пикнометрическим методом используют пикнометры – стеклянные сосуды специальной формы и определённой вместимости. Известное количество вещества в виде кусочков или порошка засыпают в пикнометр, заливают жидкостью известной плотности до метки, вставляют пришлифованную пробку и определяют общую массу пикнометра (масса пустого пикнометра известна). Плотность твёрдого вещества находят расчётным путём.

При определении плотности методом гидростатического взвешивания измеряют кажущееся уменьшение веса образца при погружении его в жидкость (рис. 1).

Вязкость – это свойство оказывать сопротивление перемещению одной части жидкости относительно другой. Вязкость жидкостей обусловлена межмолекулярным взаимодействием, ограничивающим подвижность молекул. Она зависит от природы жидкости, температуры, давления. Для измерения вязкости служат приборы – вискозиметры разных типов. Выбор вискозиметра и метода определения вязкости зависит от состояния исследуемой системы и её концентрации.

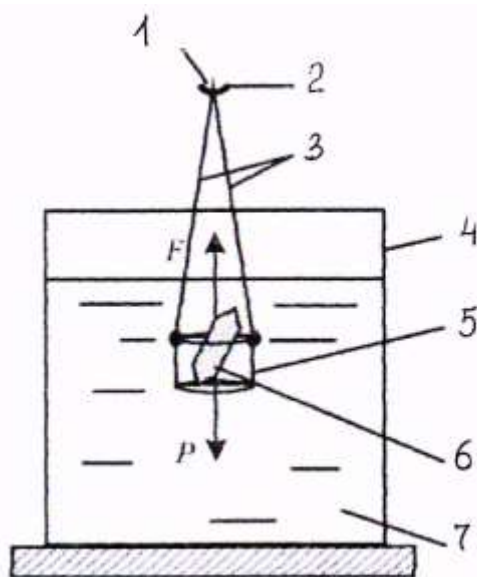


Рисунок 1 – Принцип определения плотности методом гидростатического взвешивания: 1 – крючок, 2 – рычаг весов, 3 – кварцевые нити, 4 – стакан, 5 – кварцевая чашечка, 6 – кристалл исследуемого вещества, 7 – иммерсионная жидкость

Для жидкостей с малой величиной вязкости или небольшой концентрацией широко используют вискозиметры капиллярного типа. Для более вязких прозрачных систем используют вискозиметр с падающим шариком. Определение вязкости в вискозиметрах капиллярного типа основано на измерении времени истечения определённого объёма жидкости через капилляр от метки *a* до метки *б* (рис. 2).

Расчёт вязкости (η) производят по уравнению Пуазейля:

$$\eta = \frac{\pi \cdot r^4}{8 \cdot V \cdot l} \cdot P \cdot \tau,$$

где r – радиус капилляра; P – давление, под которым происходит истечение жидкости (вес столба жидкости над капилляром); V – объём жидкости, вытекающей от метки *a* до метки *б* за время τ ; l – длина капилляра.

Для оценки вязкостных свойств жидкостей пользуются единицами динамической, кинематической, удельной и условной вязкости.

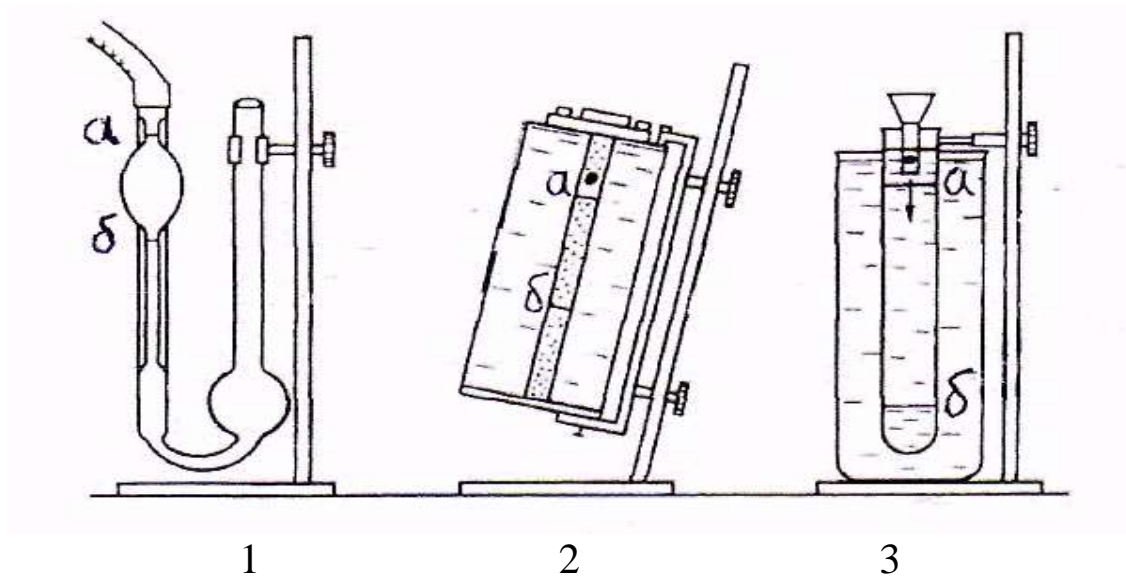


Рисунок 2 – Вискозиметры: 1 – капиллярный; 2 – вискозиметр Гепплера с падающим шариком; 3 – упрощенный вискозиметр с падающим шариком

Динамическая (абсолютная) вязкость η – это сила сопротивления, которая возникает при перемещении со скоростью 1 см/с двух слоёв жидкости площадью 1 см², отстоящих один от другого на расстоянии 1 см. В единицах СИ динамическую вязкость выражают в паскаль-секундах (Па·с).

Кинематическая вязкость ν – отношение динамической вязкости жидкости к её плотности при той же температуре. Единицей кинематической вязкости является стокс (Ст): 1 Ст = 1 см²/с.

Удельная вязкость $\eta_{уд}$ – отношение динамической вязкости жидкости к динамической вязкости дистиллированной воды при 20,2°C. Удельная вязкость численно равна динамической вязкости, умноженной на 100.

Условная вязкость – отношение времени истечения 200 см³ жидкости через калиброванное отверстие вискозиметра при температуре t ко времени истечения такого же объёма дистиллированной воды при 20°C. Условная вязкость является относитель-

ной величиной и выражается в условных единицах в зависимости от применяемого вискозиметра.

Наибольшее распространение при разных расчётах, а также при контроле качества получила кинематическая вязкость. Динамическую вязкость определяют в основном в научно-исследовательских работах.

При расчёте среднего арифметического значения времени истечения (τ) учитывают только те отсчёты, которые отличаются не более чем на $\pm 0,3\%$ при точных измерениях и на $\pm 0,5\%$ при технических измерениях.

Растворимостью вещества называют его способность переходить в другое вещество, распределяясь в нём в виде атомов, ионов или молекул, образуя термодинамически устойчивую систему переменного состава. Мера растворимости вещества при данных условиях – концентрация его насыщенного раствора, которую выражают несколькими способами:

- числом граммов растворённого вещества, содержащегося в 100 г раствора;
- отношением числа молей растворённого вещества к сумме числа молей всех компонентов раствора;
- числом молей растворённого вещества, содержащегося в 1 дм³ раствора;
- числом молей растворённого вещества, приходящихся на 1000 г растворителя.

Растворимость твёрдого вещества в определённом количестве растворителя обычно ограничена. При избытке твёрдого вещества образуется насыщенный раствор, находящийся при данных условиях в термодинамическом равновесии с растворённым веществом. Раствор, содержащий количество растворённого вещества меньше равновесного значения, называется ненасыщенным. При медленном охлаждении насыщенного раствора образуется пересыщенный раствор, содержащий больше растворённого вещества, чем это отвечает насыщенному раствору. При некотором пределе пересыщения или при внесении в пересыщенный раствор «затравки» растворённого вещества начинается выпадение кристаллов, которое продолжается до образования насыщенного раствора.

Преломлением или рефракцией называют изменение направления прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую. Преломление света оценивают по величине показателя преломления. Она зависит от состава и поляризуемости индивидуальных веществ, от того, в какой концентрации и какие молекулы встретят световой луч на своём пути. Именно на этой зависимости и основан рефрактометрический анализ. Методы рефрактометрии применяют для контроля чистоты, для идентификации индивидуальных веществ, для определения строения органических и неорганических соединений, при изучении растворов и в других исследованиях.

Для изотропной среды, в которой свойства физических объектов не зависят от направления, показателем преломления называют величину, обратную скорости распространения света в этой среде. При этом скорость света в воздухе принимают равной единице.

Определение показателей преломления кристаллических веществ ведут чаще всего иммерсионным методом – путём сравнения оптических характеристик кристаллов и жидкостей с известными показателями преломления. Для измерений используют поляризационный микроскоп, который снабжён поляризатором и анализатором, расположенными до и после объекта наблюдения в оптической системе микроскопа.

Для определения показателей преломления жидких веществ или уточнения показателей преломления иммерсионных жидкостей используют приборы – рефрактометры.

3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Часть 1. Определение температуры плавления и температуры кипения неорганических веществ

Оборудование: электроплитка, осветительная лампа, лупа, термометр, фарфоровая ступка с пестиком, длинногорлая круглодонная колба, стеклянные капилляры, круглодонная колба, насадка Аншютца, обратный холодильник, стеклянная трубка длиной около 1 м, лист стекла 50×50 см, сетка асбестированная.

Реактивы: $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,

$\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, сера, дистиллированная вода, глицерин.

Порядок выполнения работы

Опыт 1. Определение температуры плавления визуально-политермическим методом

Получите у преподавателя пробу вещества для исследования. Пользуясь справочной литературой, опишите в лабораторном журнале его физические и химические свойства.

Кристаллы исследуемого вещества тщательно разотрите в фарфоровой ступке и плотно заполните полученным порошком запаянный с одной стороны стеклянный капилляр длиной 20-30 мм. Для этого открытый конец капилляра погрузите в пробу вещества, а затем, перевернув капилляр, бросьте его несколько раз в широкую стеклянную трубку длиной около 1 м, поставленную вертикально на стол, покрытый листом стекла. Эти операции выполняйте до тех пор, пока высота слоя плотно набитого в капилляре порошка не достигнет 5-10 мм. Заготовьте два таких капилляра с исследуемым веществом для параллельных опытов.

Капилляр закрепите на термометре при помощи резинового колечка. Проба вещества должна находиться на уровне шарика ртутного термометра.

Термометр закрепите с помощью пробки в горле круглодонной колбы, наполненной теплопередающей средой (рис. 3) и медленно начните нагрев (4-6 град/мин).

Включите осветительную лампу и с помощью лупы наблюдайте за поведением вещества в капилляре. **Обязательно наденьте защитные очки!** Вблизи температуры плавления порошок исследуемого вещества начнёт «намокать» – кристаллы, расплавляясь на поверхности, смачиваются расплавом. В момент появления в капилляре небольшого слоя жидкой фазы запишите показания термометра. Это ориентировочное значение температуры плавления вещества.

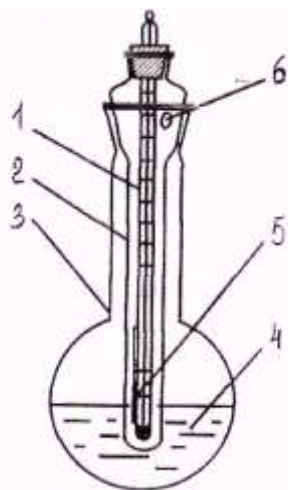


Рисунок 3 – Прибор для определения температуры плавления:

- 1 – термометр, 2 – пробирка, 3 – колба с теплоносителем,
4 – теплоноситель, 5 – капилляр с исследуемым веществом,
6 – отверстие для выхода нагретого воздуха

Удалив нагревательный прибор, охладите колбу в течение 10 минут. После этого замените капилляр с образцом вещества и повторите опыт. Точность определения температуры плавления визуальном-политермическим методом составляет $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

Сравните среднее значение температуры плавления, найденное экспериментальным путём, со справочным значением. Объясните причины расхождения результатов.

Опыт 2. Определение температуры кипения

Получите у преподавателя пробу жидкого вещества для исследования. Пользуясь справочной литературой, опишите в лабораторном журнале его физические и химические свойства.

Двугорлую круглодонную колбу наполните на $1/3$ объёма исследуемой жидкостью. Вставьте насадку Аншютца. Колбу закрепите в штативе. К боковому отводу насадки присоедините обратный холодильник. Во внутрь вертикального отвода насадки с помощью пробки вставьте термометр так, чтобы его ртутный резервуар находился на 5 мм ниже бокового отвода. Включите подачу воды в холодильник. После этого включите электроплитку, накрытую асбестированным полотном. Нагрейте жидкость

до кипения. Снимите показания термометра. Повторите эксперимент. Точность определения температуры кипения составляет $\pm 1-2^{\circ}\text{C}$.

Часть 2. Определение плотности и вязкости неорганических веществ

Оборудование: аналитические весы, технохимические весы, термостат (или водяная баня), пикнометры, вискозиметр, стеклянные бюксы для навесок, воронка, фильтровальная бумага, химический стакан для вискозиметра, термометр, секундомер, мерный цилиндр на 25 см^3 , пипетки вместимостью 1 и 10 см^3 , колбы объёмом 100 см^3 .

Реактивы: KCl , NaCl , KI , NaNO_3 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, пикнометрическая жидкость (гексан, тетрахлорид углерода, толуол), желатин.

Порядок выполнения работы

Опыт 1. Определение плотности твёрдого вещества пикнометрическим методом

Получите у преподавателя пробу вещества для исследования. Пользуясь справочной литературой, опишите в лабораторном журнале его физические и химические свойства. Приступите к опыту, учитывая, что определение плотности необходимо провести не менее двух раз.

Взвесьте на аналитических весах чистый и сухой пустой пикнометр (m_0). Заполните пикнометр до метки пикнометрической жидкостью (растворителем) с помощью пипетки. При этом проследите, чтобы внутри пикнометра не оставалось пузырьков воздуха. Для этого пипетку разместите таким образом, чтобы жидкость стекала по стенкам пикнометра. Если уровень жидкости в пикнометре окажется выше метки, удалите её излишек фильтровальной бумагой.

Далее заполненный пикнометр поместите в термостат (или водяную баню) и выдержите при температуре 25°C в тече-

ние 15-20 минут. После этого проверьте уровень жидкости в пикнометре. В случае необходимости, не вынимая пикнометр из термостата, снова доведите уровень пикнометрической жидкости до метки. Вынув из термостата пикнометр, тщательно протрите его снаружи фильтровальной бумагой, через 15 минут взвесьте. Значение массы пикнометра с пикнометрической жидкостью (m_1) запишите в лабораторный журнал.

Затем приблизительно половину пикнометрической жидкости слейте в сухую колбу с пришлифованной пробкой. Пикнометр взвесьте. Запишите значение (m_2) в журнал. После этого, пользуясь сухой воронкой, внесите в пикнометр предварительно взвешенный на технoхимических весах образец исследуемого вещества (~1 г). Очистите горлышко пикнометра от попавших частиц и определите массу пикнометра с веществом (m_3) путём взвешивания. Затем для удаления пузырьков воздуха выдержите пикнометр в термостате при 65°C в течение часа. После этого охладите пикнометр до комнатной температуры и заполните его пикнометрической жидкостью до метки. Поместите пикнометр в термостат при 25°C на 15 минут. Проверьте уровень жидкости в пикнометре.

В случае необходимости снова доведите уровень пикнометрической жидкости до метки, не вынимая пикнометр из термостата. Вынув пикнометр из термостата, тщательно протрите его фильтровальной бумагой. Взвесьте пикнометр (m_4).

Определите плотность пикнометрической жидкости по формуле

$$\rho_{ж} = \frac{m_1 - m_0}{V}$$

где $\rho_{ж}$ – плотность пикнометрической жидкости при 25°C, г/см³; m_1 – масса пикнометра, наполненного пикнометрической жидкостью до метки, г; m_0 – масса пустого пикнометра, г; V – объём пикнометра, см³.

Определите плотность исследуемого вещества, используя расчётную формулу

$$\rho_3 = \frac{m \cdot \rho_{\text{ж}}}{m + m_1 - m_4},$$

где ρ_3 – плотность исследуемого вещества, найденная экспериментальным путём, г/см³; $m = m_3 - m_2$ – масса навески исследуемого вещества, г; $\rho_{\text{ж}}$ – плотность пикнометрической жидкости при 25°C, г/см³; m_1 – масса пикнометра, наполненного пикнометрической жидкостью до метки, г; m_4 – масса пикнометра с исследуемым веществом и пикнометрической жидкостью, г.

После этого сравните среднее значение плотности вещества, найденное экспериментальным путём, со справочным значением.

Рассчитайте абсолютную и относительную ошибку измерения

$$\Delta_{\text{абс}} = |\rho_{\text{в}} - \rho_3(\text{ср.})|,$$

$$\Delta_{\text{отн}} = \frac{|\rho_{\text{в}} - \rho_3(\text{ср.})|}{\rho_{\text{в}}} \cdot 100,$$

где $\Delta_{\text{абс}}$ – абсолютная ошибка измерения плотности; $\Delta_{\text{отн}}$ – относительная ошибка измерения плотности; $\rho_{\text{в}}$ – справочное значение плотности исследуемого вещества; $\rho_3(\text{ср.})$ – среднее значение плотности исследуемого вещества.

Сравните экспериментально полученный результат измерения плотности со справочными данными.

Опыт 2. Определение зависимости условной вязкости раствора от концентрации

Приготовьте серию растворов объёмом 20 см³ из заранее приготовленного 1 %-го раствора желатина:

Объём 1 %-го раствора желатина, см ³	0	5	10	15	20
Объём воды, см ³	20	15	10	5	–
Концентрация раствора, %	–	0,25	0,5	0,75	1,0

Затем тщательно вымытый вискозиметр погрузите в большой химический стакан с водой так, чтобы метка *a* (рис. 2) находилась в воде. Укрепите вискозиметр с помощью штатива строго вертикально.

Опыт начните с определения времени истечения дистиллированной воды и постепенно переходите к более концентрированным растворам.

Отмерьте пипеткой необходимый объём жидкости и заполните ею нижний резервуар вискозиметра. Через 10 минут «втяните» жидкость из нижнего резервуара в верхний так, чтобы она поднялась немного выше метки *a* (заполнение необходимо проводить осторожно, избегая попадания пузырьков воздуха). Затем дайте жидкости свободно вытекать, отсчитывая по секундомеру время её прохождения от метки *a* до метки *b*. С каждым раствором опыт повторите не менее двух раз, а затем определите среднее время истечения жидкости. В рабочем журнале отметьте температуру опыта. Экспериментальные данные сведите в табл. 1.

Так как для разбавленных растворов плотность растворов и стандартной жидкости мало отличаются друг от друга, используйте для расчёта вязкости следующую формулу

$$\eta_{\text{усл.}} = \frac{\tau}{\tau_0},$$

где $\eta_{\text{усл}}$ – условная вязкость, τ – время истечения раствора; τ_0 – время истечения воды.

Таблица 1

Параметры	H ₂ O	Концентрация раствора, %			
		0,25	0,5	0,75	1,0
τ , с					
1-ое измерение					
2-ое измерение					
$\tau_{\text{ср}}$, с					
$\eta_{\text{усл}}$					

По экспериментальным данным постройте кривую зависимости вязкости от концентрации $\eta_{\text{всл}} = f(c)$, откладывая на оси ординат $\eta_{\text{всл}}$, по оси абсцисс концентрацию раствора.

Часть 3. Определение растворимости веществ в воде

Оборудование: сушильный шкаф, теххимические весы, электроплитка, водяная баня или термостат, термометр, бюретка, эксикатор, колбы плоскодонные вместимостью 250 см³, мерные цилиндры на 25 и 100 см³, химические стаканы, стеклянные палочки, сетка асбестированная, пробирки вместимостью 10 см³, бюксы, пипетки калибровочные объёмом 5 см³.

Реактивы: K₂Cr₂O₇, Na₂Cr₂O₇, (NH₄)₂Cr₂O₇, Na₂CrO₄, (NH₄)₂CrO₄, Na₂B₄O₇·10H₂O, индикатор метиловый красный, соляная кислота (0,2 М раствор).

Порядок выполнения работы

Опыт 1. Определение растворимости вещества при заданной температуре

В данном опыте необходимо определить растворимость дихромата калия при комнатной температуре.

Получите у преподавателя пробу дихромата калия. Опишите в лабораторном журнале его физические и химические свойства, пользуясь справочной литературой.

Взвесьте в химическом стакане 2 г дихромата калия. Прилейте цилиндром 10 см³ дистиллированной воды. Нагрейте полученную смесь до полного растворения соли и охладите раствор до комнатной температуры.

Взвесьте поочерёдно два бюкса и сухой пипеткой перенесите в них по 1 см³ раствора. При набирании раствора в пипетку следите, чтобы кристаллы со дна сосуда не попали в неё. После этого взвесьте бюксы с раствором, поместите их в сушильный шкаф, нагретый до 100°C, и выдержите при этой температуре до полного удаления воды. Увеличьте температуру до 150°C и оставьте бюксы при этой температуре на 15-20 минут, после чего охладите их в эксикаторе до комнатной температуры и вновь

взвесьте. Операции высушивания и взвешивания проводите до тех пор, пока результаты двух взвешиваний не будут отличаться более чем на 0,02 г.

Рассчитайте растворимость дихромата калия при температуре эксперимента (в моль/дм³) по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V \cdot M},$$

где m_1 – масса бюкса с раствором до высушивания, г; m_2 – масса бюкса после высушивания, г; $V = 1 \text{ см}^3$ – объём исследуемого раствора, $V = 1 \text{ см}^3$; M – молярная масса дихромата калия, г/моль.

Повторите эксперимент с хроматами и дихроматами натрия и аммония. Какие выводы можно сформулировать? Предложите методы определения растворимости веществ при других, более низких и более высоких температурах.

Опыт 2. Определение зависимости растворимости вещества от температуры

В данном опыте необходимо определить растворимость буры ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) при температурах 50, 40, 30 и 20°C, построить кривую растворимости и определить содержание буры в насыщенном растворе титрованием соляной кислотой.

Предварительно опишите в рабочем журнале физические и химические свойства буры, пользуясь справочной литературой. Ответьте на вопрос: какая реакция лежит в основе титрования? Приступите к опыту.

Приготовьте насыщенный при 50°C раствор буры. Для этого взвесьте в химическом стакане 39 г соли и прилейте цилиндром 61 см³ дистиллированной воды. Нагрейте смесь на водяной бане или в термостате до 60°C и, тщательно перемешивая, выдержите при этой температуре в течение 15-20 минут.

Дайте остыть раствору до 50°C и добавьте щепотку кристаллической буры, чтобы убедиться в присутствии в осадке вещества того же состава. Перемешивайте раствор 5 минут, при этом следите, чтобы температура сохранялась прежней – не ниже 50°C, подливая воду нужной температуры в водяную баню или установив

соответствующую температуру в термостате. Затем дайте осадку осесть и быстро слейте в мерный цилиндр (№ 1) или пробирку 5 см^3 раствора.

Далее охладите исходный раствор буры в стакане до 40°C . При этой температуре перемешивайте раствор 5 минут. После этого дайте осадку осесть и перелейте 5 см^3 раствора в другой мерный цилиндр (№ 2) или пробирку. Точно также отберите пробы растворов и при температурах 30 и 20°C . Оставшийся в стакане исходный раствор с осадком сдайте лаборанту.

Определите содержание буры в каждом растворе титрованием соляной кислотой ($0,2\text{ М}$) в присутствии индикатора метилового красного.

Для этого перенесите количественно содержимое цилиндра (или пробирки) № 1 в плоскодонную колбу, прилейте цилиндром около 100 см^3 дистиллированной воды. Добавьте 2-3 капли индикатора. Медленно (по каплям) приливайте кислоту из бюретки. Титрование проводите до тех пор, пока цвет раствора из жёлтого не перейдёт в красно-розовый (интервал перехода 4,3-6,2).

В другую плоскодонную колбу количественно перенесите содержимое цилиндра (или пробирки) № 2, добавьте 100 см^3 дистиллированной воды и проведите титрование. Аналогичные операции проделайте с остальными образцами.

Определите растворимость соли – количество буры, приходящееся на 1 дм^3 раствора (X , моль/ дм^3), используя следующую формулу

$$X = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot C_{\text{HCl}}}{Z \cdot V},$$

где V_{HCl} – объём соляной кислоты, пошедшей на титрование, см^3 ; C_{HCl} – концентрация соляной кислоты, моль/ дм^3 ; Z – фактор эквивалентности для буры; V – объём исследуемого раствора, $V = 5\text{ см}^3$.

Проведя необходимые вычисления, постройте кривую зависимости растворимости буры от температуры.

Часть 4. Определение показателя преломления

Оборудование: рефрактометр ИРФ-22, поляризационный микроскоп МИН-8, предметные и покровные стёкла, стеклянные палочки, фильтровальная бумага.

Реактивы: KCl, NaCl, KI, NaNO₃, K₂Cr₂O₇, CuSO₄·5H₂O, CaCl₂·6H₂O, Na₂SO₄·10H₂O, CoSO₄·7H₂O, Co(NO₃)₂·6H₂O, набор иммерсионных жидкостей.

Порядок выполнения работы

Получите у преподавателя пробу вещества для исследования, опишите его физические и химические свойства, пользуясь справочной литературой.

Исследуемое кристаллическое вещество разотрите в ступке, затем небольшое количество полученного порошка перенесите на предметное стекло и равномерно распределите палочкой на половине поверхности предметного стекла. На предметное стекло с веществом наложите покровное стекло. В зазор между покровным и предметным стеклами пипеткой внесите каплю иммерсионной жидкости. Следите за тем, чтобы жидкость заполняла весь объём между предметным и покровным стёклами, но при этом не должно быть излишка жидкости.

Препарат закрепите на предметном столике микроскопа (рис. 4) и сфокусируйте оптическую систему на выбранном кристалле, добиваясь, чтобы изображение этого кристалла совпало с перекрестием нитей в окуляре.

После этого, вращая предметный столик при введённых в перпендикулярном направлении поляризаторе и анализаторе, определите категорию симметрии кристалла по наличию просветления и затемнения его изображения.

Если исследуемое вещество изотропное или кристаллы его относятся в кубической сингонии, то, выведя из оптической системы анализатор, приступайте к измерениям показателя преломления. Для этого, вращая ручку точной фокусировки, по направлению перемещения полоски Бекке определите соотношение показателей преломления кристалла и жидкости. Если больший показатель преломления оказался у кристалла, то следующий препарат готовьте, используя иммерсионную жидкость из стандартного набора с большим показателем преломления, если меньший – наоборот.

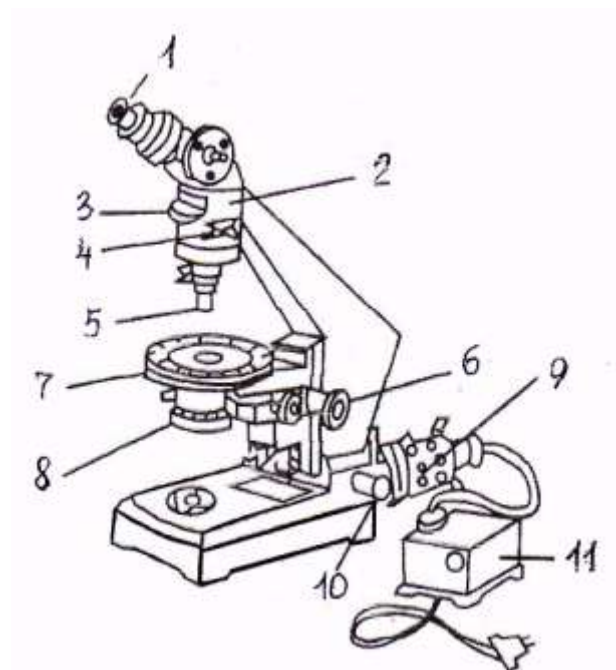


Рисунок 4 – Поляризационный микроскоп, общий вид:

1 – окуляр, 2 – тубус микроскопа, 3 – поворотный диск со светофильтрами, 4 – анализатор, 5 – объектив, 6 – маховичок грубой наводки на фокус, 7 – предметный столик, 8 – поляризатор, 9 – осветитель, 10 – маховичок тонкой наводки на фокус, 11 – трансформатор

Исследуя ряд препаратов с нарастающим (или убывающим) показателем преломления иммерсионных жидкостей, в итоге вы получите два препарата, для которых показатель преломления кристалла $N_{\text{Э}}$ окажется промежуточным между показателями преломления иммерсионных жидкостей $N_{\text{Ж}}$: $N_{\text{Ж1}} < N_{\text{Э}} < N_{\text{Ж2}}$ или $N_{\text{Ж1}} > N_{\text{Э}} > N_{\text{Ж2}}$.

Показатель преломления исследуемого вещества примите равным среднему значению: $N_{\text{Э}} = (N_{\text{Ж1}} + N_{\text{Ж2}}) / 2$, а точность определения охарактеризуйте погрешностью, равной $\pm |N_{\text{Ж1}} - N_{\text{Ж2}}| / 2$. Чем ближе значения показателей преломления жидкости и кристалла, тем менее заметными становятся границы кристалла в поле зрения микроскопа, кристалл как бы «растворяется» в жидкости. Уточнение показателей преломления иммерсионных жидкостей $N_{\text{Ж1}}$ и $N_{\text{Ж2}}$ проведите на рефрактометре (рис. 5). Результаты измерений занесите в табл. 2.

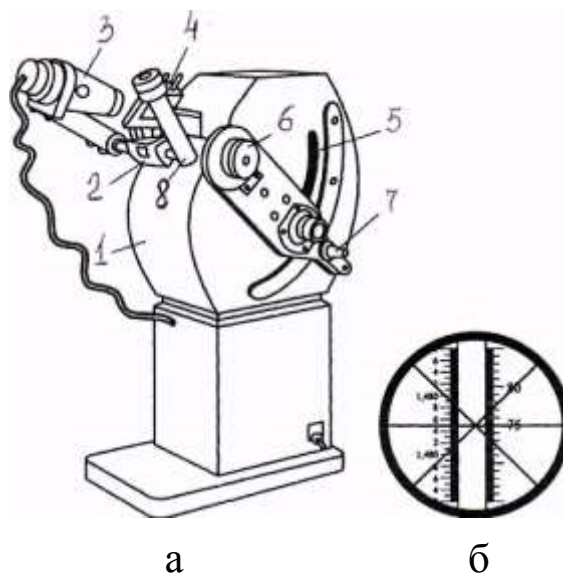


Рисунок 5 – Рефрактометр УРЛ: *а* – устройство прибора (1 – корпус, 2 – камера, состоящая из двух половин: нижней неподвижной, верхней подвижной; 3 – осветитель; 4 – окуляр; 5 – шкала; 6 – дисперсный компенсатор; 7 – ручка; 8 – штуцер для термометра); *б* – показания внутренней шкалы (при наблюдении в окуляр 4)

Таблица 2

№ жидкости	Показатель преломления иммерсионной жидкости $N_{\text{ж}}$		Смещение полосы Бекке для погасаний	
	справочное значение	уточнённое значение	в первом положении	во втором положении

В случае одноосных кристаллов исследуемого вещества (средняя категория симметрии) кристаллы имеют два неодинаковых показателя преломления, отвечающих разным осям кристалла. Эти показатели преломления определите отдельно, каждый раз ставя исследуемый кристалл в препарате на погасание.

Для этого установите анализатор и поляризатор во взаимно перпендикулярном положении и добейтесь затемнения кристалла вращением предметного столика микроскопа; при этом изобра-

жение кристалла должно быть совмещено с перекрестием нитей окуляра.

После этого выдвиньте анализатор и наблюдайте перемещение полосы Бекке при точной фокусировке.

Затем снова введите в оптическую систему анализатор и поворотом столика найдите новое положение затемнения кристалла, выведите анализатор и наблюдайте перемещение полосы Бекке в новом положении кристалла. Сравнение показателей преломления проведите для каждой иммерсионной жидкости не менее чем на десяти кристаллах. Приготовьте препараты с различными иммерсионными жидкостями и найдите две пары таких жидкостей, для которых $N_{ж1} < N_{э(р)} < N_{ж2}$ или $N_{ж3} > N_{э(г)} > N_{ж4}$.

Определите средние значения $N_{э(р)}$ и $N_{э(г)}$ и погрешность измерений. Результаты измерений занесите в табл. 2.

Для кристаллов низшей категории симметрии определите ещё и средний показатель преломления $N_{э(м)}$. Его можно измерить на кристаллах с круговым сечением индикатрисы, которые в случае перпендикулярного положения поляризатора и анализатора не подвергаются затемнению при любом повороте предметного столика микроскопа.

4. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

При работе в лаборатории каждый студент обязан соблюдать следующие правила:

- все работы вести точно и аккуратно, соблюдать тишину;
- работы с вредными веществами проводить только под тягой;
- сливать отработанные растворы в специально предназначенные для этих целей ёмкости;
- горячие приборы и посуду ставить только на специальные подставки;
- не нагревать плотно закрытые колбы;
- не оставлять работающую установку без присмотра;
- после выполнения всех экспериментов привести рабочее место в порядок, помыть использованную посуду, выключить воду и электричество.

Работать в лаборатории разрешается только в халате, в случае необходимости следует использовать индивидуальные сред-

ства защиты. К выполнению работы студенты допускаются после инструктажа по технике безопасности и допуска преподавателем к работе.

5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Перечислите важнейшие физико-химические свойства неорганических веществ.

2. Дайте определение термина «температура плавления». Как влияют примеси на значение температуры плавления?

3. Что называют температурой кипения, какими методами можно её определить?

4. Почему температура кипения не является критерием чистоты вещества, а используется обычно в целях идентификации веществ?

5. Какова точность определения температуры кипения?

6. Какими методами определяют плотность веществ?

7. Расскажите о динамической, кинематической, удельной и условной вязкости, уравнении Пуазейля.

8. Что называют растворимостью, в каких единицах измерения она выражается?

9. Дайте определение показателя преломления.

10. Опишите порядок измерения температур плавления и кипения.

11. Изложите последовательность определения растворимости.

12. Опишите порядок определения показателя преломления.

13. Каково назначение поляризационного микроскопа?

6. СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

Основная

1. Лебухов, В. И. Физико-химические методы исследования [Электронный ресурс] : учебник / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова; под ред. А. И. Окара. – Санкт-Петербург : Лань, 2012. – 480 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4543

Дополнительная

2. Практическое руководство для лаборатории. Специальные методы / В. Р. Лесс, С. Экхардт, М. Кетнер, Ф. Шмит, Б. Вальтер. – СПб. : ПРОФЕССИЯ, 2011. – 470 с.

3. Сажин, С. Г. Приборы контроля состава и качества технологических сред [Электронный ресурс] : учеб. пособие / С. Г. Сажин. – СПб. : Лань, 2012. – 432 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=3552

4. Практикум по общей и неорганической химии / Л. Ю. Аликберова, Р. А. Лидин, В. А. Молочко, Г. П. Логинова. – М. : Владос, 2004. – 320 с.

5. Гайдукова, Б. М. Техника и технология лабораторных работ / Б. М. Гайдукова, С. В. Харитонов. – М. : Академия, 2006. – 128 с.

6. Зайцев, О. С. Исследовательский практикум по общей химии. – М. : Изд-во МГУ, 1994. – 480 с.

7. Беккер, Г. Практикум по органической химии. Органикум. Т. 1 / Г. Беккер, В. Бергер, Г. Домшке. – М. : Мир, 1979. – 453 с.

8. Мак-Махон, Д. Аналитические приборы. Руководство по лабораторным, портативным и миниатюрным приборам / пер. с англ. под ред. Л. Н. Москвина. – СПб. : Профессия, 2009. – 352 с.

Лабораторная работа №2.

ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРОЕНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ. АНАЛИЗ ИК-СПЕКТРОВ

1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Изучить основы ИК-спектроскопического метода исследования. Приобрести навыки интерпретации ИК-спектров.

2. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

ИК-спектроскопический метод анализа даёт возможность исследовать любые вещества независимо от их физического со-

стояния. Современные спектрометры позволяют легко и быстро получить информацию о составе и строении вещества, наличии примесей, видах внутри- и межмолекулярных взаимодействий.

При поглощении ИК-излучения происходит изменение колебательных состояний и дипольных моментов химических связей в молекуле. Молекулой поглощаются только те частоты инфракрасного излучения, энергия которых точно соответствует разностям между двумя уровнями энергии связи. При облучении образца инфракрасным светом с непрерывно меняющейся частотой определённые участки спектра излучения поглощаются молекулой, вызывая растяжение или изгиб соответствующих связей. Луч, проходящий через вещество, ослабляется в области поглощения. Регистрируя интенсивность прошедшего излучения в зависимости от волновых чисел, получают кривую, на которой видны полосы поглощения. Это инфракрасный спектр. Колебание не обязательно сопровождается появлением инфракрасной полосы поглощения. Поглощение имеет место только тогда, когда колебание приводит к изменению распределения заряда внутри молекулы. Чем больше это изменение, тем сильнее поглощение.

Положение полосы определяется силой связи и массой связываемых атомов. Чем сильнее связь и чем меньше массы атомов, тем выше частота поглощения данной связи. Например, сила связи возрастает при переходе от одинарной к двойной и тройной связям, и соответственно возрастают частоты валентных колебаний: от 700-1500 до 1600-1800 и до 2000-2500 см^{-1} . Так, тройные связи $\text{C}\equiv\text{C}$ и $\text{C}\equiv\text{N}$ ацетиленовых соединений и нитрилов имеют максимальные значения силовых постоянных. Их характеристические частоты – от 2100 до 2260 см^{-1} , причём более низкие величины – 2100-2140 см^{-1} – типичны для концевой ацетиленовой связи (рис. 6).

Полосы углеводородов, состоящие только из атомов углерода и водорода, являются слабыми, а полосы, относящиеся к связям, соединяющим атомы, сильно различающиеся между собой по степени электроотрицательности – обычно довольно сильными.

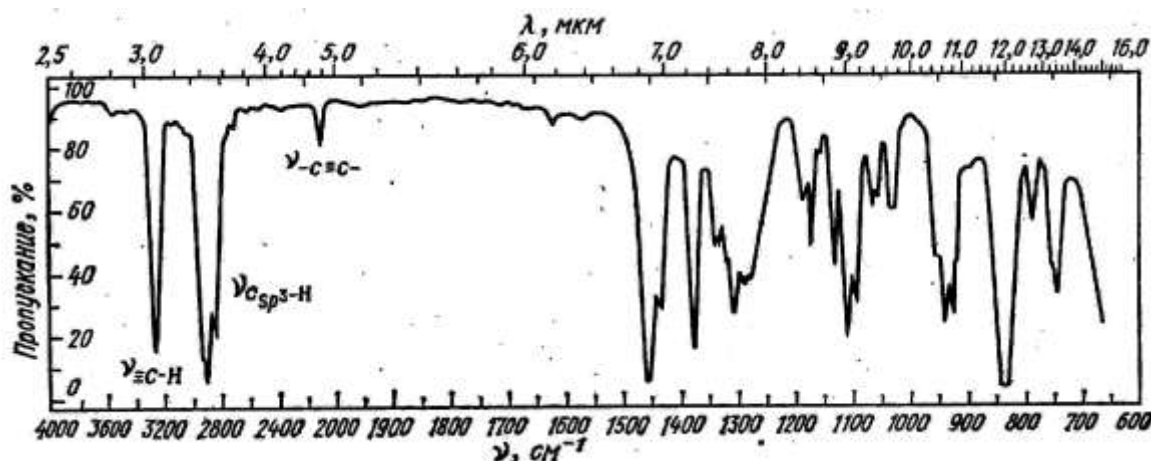


Рисунок 6 – Признаки ацетиленовых связей в ИК-спектре

3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Проанализируйте ИК-спектр комплексного соединения $K_3[Cr(NCS)_6]$ (рис. 7). Отметьте частоты полос поглощения и выполните их отнесение. Сделайте вывод о способе координации роданидной группы металлом.

ИК-спектры комплексных соединений дают информацию о роде и степени изменений, претерпеваемых лигандом при его координации, о симметрии координационной сферы, о прочности связи металл-лиганд.

Способ координации роданидной группы обычно определяют по положению частоты $\nu(CS)$, поскольку частоты валентных колебаний $\nu(CN)$ тиоцианатов и изотиоцианатов, как правило, довольно близки. При координации через серу реализуется резонансная форма $N\equiv C-S$, что сопровождается понижением частоты $\nu(CS)$ ($630-730\text{ см}^{-1}$) при одновременном повышении частоты $\nu(CN)$.

Для изотиоцианатов кратность связи $C-S$ увеличивается, что приводит к повышению частоты $\nu(CS)$ до $780-850\text{ см}^{-1}$. Изолированный в матрице CsI ион NCS^- при 27°C имеет значения $\nu(CN)$, $\nu(CS)$, и $\delta(NCS)$ соответственно $2066,3$; 744 ; $468,1\text{ см}^{-1}$, приближенный полуэмпирический анализ колебаний SCN -группы в $KNCS$ даёт значения $\nu(CN) = 2046\text{ см}^{-1}$ и $\nu(CS) = 748\text{ см}^{-1}$.

Частоты деформационных колебаний $\delta(SCN)$ и $\delta(NCS)$ также несколько различаются по величине ($410-460$ и $470-490\text{ см}^{-1}$)

и это является дополнительной информацией при определении способа координации роданидной группы.

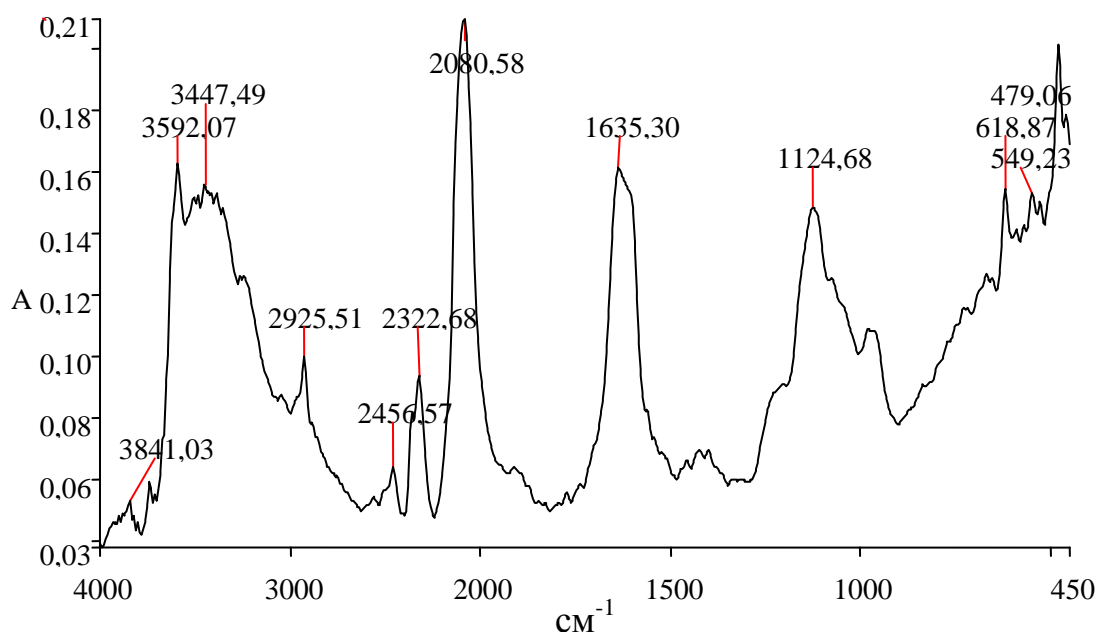


Рисунок 7 – ИК-спектр $K_3[Cr(NCS)_6]$

4. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Охарактеризуйте возможности колебательной спектроскопии. Какую информацию позволяют получить современные спектрометры?

2. Какой диапазон длин волн охватывает инфракрасная область электромагнитного спектра?

3. Что такое ИК-спектр?

4. Какие факторы определяют положение и интенсивность полос ИК-спектра?

5. Что представляют собой валентные и деформационные колебания?

6. Назовите источник излучения в ИК-спектроскопии.

7. Дайте краткую характеристику оборудования для ИК-спектроскопии. Каковы особенности ИК Фурье-спектрометров?

8. Каковы особенности подготовки образцов для исследования методом ИК-спектроскопии?

9. Каковы различия в спектроскопии ближней и средней ИК области?

10. Каково практическое применение спектроскопии в ближней ИК области?

5. СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

Основная

1. Васильева, В. И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство [Электронный ресурс] : учеб. пособие для студентов вузов / В. И. Васильева [и др.]; под ред. В. Ф. Селеменова, В. Н. Семенова. – СПб. : Лань, 2014. – 416 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=50168

Дополнительная

2. Физические методы исследования неорганических веществ : учеб. пособие для студентов, обучающихся по специальности 020101 «Химия» направления подготовки 020100 «Химия» / Т. Г. Баличева [и др.]; под ред. А. Б. Никольского. – М. : Академия, 2006. – 448 с.

3. Накамото, К. ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений / пер. с англ. Л. В. Христенко; под ред. Ю. А. Пентина. – М. : Мир, 1991. – 535 с.

4. Карпов, Ю. А. Аналитический контроль в металлургическом производстве : учеб. пособие для студентов вузов, обуч. по направлению подготовки бакалавров «Металлургия» и направлению подготовки дипломир. специалистов «Металлургия» / Ю. А. Карпов, А. П. Савостин, В. Д. Сальников. – М. : Академкнига, 2006. – 352 с.

5. Иоффе, Б. В. Физические методы определения строения органических соединений / Б. В. Иоффе, Р. Р. Костиков, В. В. Разин. – М. : Высшая школа, 1984. – 336 с.

Лабораторная работа №3.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ ВОДЫ

1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Освоить методы определения основных физико-химических показателей дистиллированной воды.

2. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Дистиллированная вода представляет собой прозрачную, бесцветную жидкость, не имеющую запаха (формула H_2O , молекулярная масса – 18,01). Дистиллированная вода почти не содержит неорганических и органических веществ, получается путём перегонки водопроводной воды.

Для получения дистиллированной воды используют перегонные аппараты различной величины и производительности. Перегнанную воду собирают в стеклянные, полиэтиленовые или фторопластовые бутылки. Дистиллированная вода применяется для химического анализа продуктов, приготовления растворов, в качестве сырья в ряде отраслей промышленности. По физико-химическим показателям дистиллированная вода должна соответствовать требованиям и нормам ГОСТ 6709-72 (табл. 3).

Дистиллированная вода всегда содержит незначительные примеси посторонних веществ, попадающих в неё из воздуха в виде пыли или вследствие выщелачивания стекла посуды, в которой хранится вода. Кроме того, при перегонке вместе с парами воды в приёмник попадают растворённые в воде газы (аммиак, диоксид углерода), а также некоторые летучие органические соединения, которые могут присутствовать в воде. И, наконец, соли, которые попадают в дистиллят вместе с мельчайшими капельками воды, уносимыми паром.

Для некоторых современных высокоточных методов анализа такая вода не пригодна и требует дополнительной очистки. С этой целью используют методы двукратной перегонки с при-

менением аппаратуры из кварцевого стекла, обратного осмоса, деионизации с последующим фильтрованием через мембранный фильтр. Особо чистая вода необходима, например, для высокоэффективной жидкостной хроматографии, атомно-абсорбционной спектрометрии, определения компонентов в следовых количествах, используемых службами химического контроля, производителями высокочистых веществ.

ГОСТ Р 52501-2005 устанавливает две степени чистоты воды.

Степень 1. Вода, в основном свободная от растворимых или коллоидных ионных и органических примесей и отвечающая жёстким аналитическим требованиям, например, таким, как для метода высокоэффективной жидкостной хроматографии; такую воду получают путём дальнейшей очистки воды 2-й степени чистоты (например, обратным осмосом или деионизацией с последующим фильтрованием через мембранный фильтр с размером ячейки 0,2 мкм для удаления частиц или двойной перегонкой с применением аппаратуры из кварцевого стекла).

Степень 2. Вода с очень низким содержанием неорганических, органических или коллоидных примесей, используемая для чувствительных аналитических методов, включая метод атомно-абсорбционной спектрометрии и определение компонентов в следовых количествах; такую воду получают, например, не-однократной перегонкой либо деионизацией или обратным осмосом с последующей перегонкой.

Технические требования к качеству особо чистой воды для лабораторного анализа также устанавливает ГОСТ Р 52501-2005 (табл. 4).

Отбор проб воды проводят по ГОСТ 3385-73. Объём средней пробы должен быть не менее 2 дм³. Пробу помещают в бутылку из боросиликатного стекла, полиэтилена высокого давления или полипропилена по ГОСТ Р 51760 таким образом, чтобы она была полностью заполнена водой. При этом должны быть приняты все меры предосторожности, чтобы исключить риск загрязнения содержимого любым путём. Бутылки, изготовленные из боросиликатного стекла, предварительно подвергают старению, то есть кипятят в течение, по крайней мере, двух часов в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 1,0 моль/дм³, затем — дважды по 1 часу в дистиллированной воде.

Таблица 3

Физико-химические показатели дистиллированной воды
ГОСТ 6709-72

№ п/п	Наименование показателя	Норма
1	Массовая концентрация остатка после выпаривания, мг/дм ³ , не более	5
2	Массовая концентрация аммиака и аммонийных солей (NH ₄), мг/дм ³ , не более	0,02
3	Массовая концентрация нитратов (NO ₃), мг/дм ³ , не более	0,2
4	Массовая концентрация сульфатов (SO ₄), мг/дм ³ , не более	0,5
5	Массовая концентрация хлоридов (Cl), мг/дм ³ , не более	0,02
6	Массовая концентрация алюминия (Al), мг/дм ³ , не более	0,05
7	Массовая концентрация железа (Fe), мг/дм ³ , не более	0,05
8	Массовая концентрация кальция (Ca), мг/дм ³ , не более	0,8
9	Массовая концентрация меди (Cu), мг/дм ³ , не более	0,02
10	Массовая концентрация свинца (Pb), мг/дм ³ , не более	0,05
11	Массовая концентрация цинка (Zn), мг/дм ³ , не более	0,2
12	Массовая концентрация веществ, восстанавливающих KMnO ₄ (O), мг/дм ³ , не более	0,08
13	рН воды	5,4-6,6
14	Удельная электрическая проводимость при 20°C, См/м, не более	5·10 ⁻⁴

Таблица 4

Требования к качеству воды для лабораторного анализа
ГОСТ Р 52501-2005

№ п/п	Наименование показателя	Степень чистоты	
		1	2
1	Удельная электрическая проводимость при 25°C, мСм/м, не более	0,010	0,10
2	Массовая концентрация веществ, восстанавливающих KMnO_4 (O), мг/дм ³ , не более	не определяется	0,08
3	Оптическая плотность при длине волны 254 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см, единиц оптической плотности, не более	0,001	0,01
4	Массовая доля остатка после выпаривания при 110 °C, млн ⁻¹ , не более	не определяется	1,00
5	Массовая концентрация оксида кремния (IV) (SiO_2), мг/дм ³ , не более	0,010	0,02

ГОСТ Р 52501-2005 распространяется на воду для лабораторного анализа, используемую в лабораторных исследованиях для анализа неорганических химических веществ. Но не распространяется на воду, используемую для анализа следов органических и поверхностно-активных веществ, а также воду для биологических и медицинских исследований.

Примечания к табл. 2.

1. Значения удельной электрической проводимости применимы для свежеприготовленной воды; во время хранения возможно растворение примесей, таких как атмосферный диоксид углерода и щёлочь (при хранении в стеклянных сосудах), что приводит к изменению удельной электрической проводимости.

2. Из-за трудности определения соответствия этому уровню чистоты массовую концентрацию веществ, восстанавливающих KMnO_4 (O), и массовую долю остатка после выпаривания для во-

ды степени чистоты 1 не определяют. Однако качество воды степени чистоты 1 гарантировано соответствием другим требованиям и методом приготовления.

3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Часть 1. Определение массовой концентрации анионов в дистиллированной воде

Оборудование: теххимические весы, электроплитка, водяная баня, микробюретка, выпарительные чашки, колбы конические плоскодонные вместимостью 250 см³, цилиндры с градуировкой на 10 и 100 см³, термостойкие химические стаканы, стеклянные палочки, сетка асбестированная, пипетки калибровочные объемом 1, 2, 5, 10 и 25 см³.

Реактивы: индигокармин, спирт этиловый, кислота серная концентрированная, соляная кислота (1 н.), азотная кислота (25 %), гидроксид натрия (0,1 н.), хлорид натрия (0,25 %), хлорид натрия (0,001 мг/см³ Cl), хлорид бария (10 %), карбонат натрия (1 %), нитрат серебра (1,7 %), нитрат натрия (0,01 мг/см³ NO₃), сульфат калия (0,01 мг/см³ SO₄).

Порядок выполнения работы

Получите у преподавателя пробу анализируемой воды. Определите в ней содержание нитратов, сульфатов, хлоридов. Сделайте вывод о качестве дистиллированной воды: о соответствии требованиям ГОСТ 6709-72 по исследованным физико-химическим показателям.

Опыт 1. Определение массовой концентрации нитратов

Приготовьте две выпарительные чашки. В одну из них пипеткой перенесите 50 см³ анализируемой воды. В другую чашку поместите 1,0 см³ стандартного раствора, содержащего 0,01 мг нитрат-ионов. В обе чашки добавьте по 0,1 см³ 0,1 н. гидроксида натрия. Их содержимое хорошо перемешайте и выпаривайте досуха на электроплитке.

Сразу после этого снимите чашки и перенесите их на асбестированную сетку. К сухому остатку в чашках прибавьте пипеткой 2 см^3 0,25 %-го раствора хлорида натрия, $1,0\text{ см}^3$ раствора индигокармина и при осторожном перемешивании 10 см^3 концентрированной серной кислоты.

Через 15 минут содержимое чашек количественно перенесите в конические колбы. При этом чашки ополосните в два приёма 50 см^3 дистиллированной воды, каждый раз присоединяя её к основному раствору в колбах.

Исследованную воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора сравнения.

Опыт 2. Определение массовой концентрации сульфатов

В термостойкий химический стакан со шкалой (стакан № 1) поместите 80 см^3 анализируемой воды, отмеренной цилиндром. В другой химический стакан № 2 прилейте $3,0\text{ см}^3$ стандартного раствора, содержащего $0,01\text{ мг/см}^3$ сульфат-ионов, и $17,0\text{ см}^3$ анализируемой воды.

Раствор в стакане № 1 упарьте до объёма 20 см^3 на электроплитке. Затем аккуратно перенесите стакан на асбестированную сетку. Дайте остыть раствору.

После этого в оба стакана прибавьте медленно при перемешивании 4 см^3 этилового спирта, 2 см^3 1 н. соляной кислоты и 6 см^3 10 %-го раствора хлорида бария, предварительно профильтрованного через обеззоленный фильтр «синяя лента».

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если опалесценция анализируемого раствора (в стакане № 1), наблюдаемая на тёмном фоне через 30 минут, не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения (в стакане № 2).

Опыт 3. Определение массовой концентрации хлоридов

В выпарительную чашку поместите цилиндром 100 см^3 анализируемой воды. Прибавьте $0,2\text{ см}^3$ 1 %-го раствора карбоната натрия. Упарьте досуха полученный раствор на электроплитке. Остаток количественно перенесите в цилиндр с градуировкой,

используя $\sim 3 \text{ см}^3$ дистиллированной воды. После этого добавьте в цилиндр $1,0 \text{ см}^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и $1,0 \text{ см}^3$ раствора нитрата серебра с массовой долей 1,7 %. Полученный раствор в цилиндре доведите дистиллированной водой до 10 см^3 .

В другой цилиндр поместите 3 см^3 дистиллированной воды, 2 см^3 стандартного раствора, содержащего $0,001 \text{ мг/см}^3$ хлорид-ионов, $0,2 \text{ см}^3$ 1 %-го раствора карбоната натрия, $1,0 \text{ см}^3$ 25 %-го раствора азотной кислоты и $1,0 \text{ см}^3$ 1,7 %-го раствора нитрата серебра. Полученный в цилиндре раствор сравнения доведите дистиллированной водой до 10 см^3 .

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если опалесценция анализируемого раствора, наблюдаемая на тёмном фоне через 30 минут, не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения.

Часть 2. Определение массовой концентрации металлов в дистиллированной воде

Оборудование: теххимические весы, термостат, электроплитка, водяная баня, микробюретка, выпарительные чашки, колбы конические плоскодонные вместимостью 250 см^3 , цилиндры с градуировкой на 10 и 100 см^3 , термостойкие химические стаканы, стеклянные палочки, сетка асбестированная, пипетки калибровочные объёмом 1, 2, 5, 10 и 25 см^3 .

Реактивы: мурексид, сульфарсазен, ксиленоловый оранжевый, спирт изоамиловый, серная кислота (20 %), соляная кислота (0, 1 н., 10 %, 25 %), уксусная кислота (10 %), винная кислота (10 %), лимонная кислота (10 %), гидроксид натрия (1 н.), аммоний надсерноокислый (5 %), N,N-диэтилдитиокарбамат натрия 3-водный (0,1 %), роданид аммония (30 %), калий железистосинеродистый 3-водный (1 %), гидроксид аммония (5 %), натрий тетраборнокислый 10-водный ($0,05 \text{ моль/дм}^3$), нитрат цинка ($0,001 \text{ мг/см}^3 \text{ Zn}$), нитрат алюминия ($0,001 \text{ мг/см}^3 \text{ Al}$), нитрат железа (III) ($0,001 \text{ мг/см}^3 \text{ Fe}$), нитрат свинца ($0,001 \text{ мг/см}^3 \text{ Pb}$), нитрат кальция ($0,01 \text{ мг/см}^3 \text{ Ca}$), нитрат меди (II) ($0,001 \text{ мг/см}^3 \text{ Cu}$), раствор ацетатный буферный (pH 3,4).

Порядок выполнения работы

Получите у преподавателя пробу анализируемой воды. Определите в ней содержание металлов. Сделайте вывод о соответствии воды требованиям ГОСТ 6709-72 по исследованным показателям.

Опыт 1. Определение массовой концентрации железа

Приготовьте две пробирки. В первую пробирку поместите 40 см^3 анализируемой воды, отмеренной цилиндром. Затем добавьте в пробирку $0,5\text{ см}^3$ 20 %-го раствора серной кислоты, 1 см^3 5 %-го раствора надсернического аммония, 3 см^3 30 %-го раствора роданида аммония. Перемешайте раствор и прибавьте ещё $3,7\text{ см}^3$ изоамилового спирта. Снова перемешайте содержимое пробирки и оставьте до расслоения раствора.

В другую пробирку прилейте 20 см^3 анализируемой воды, 1 см^3 стандартного раствора, содержащего $0,001\text{ мг Fe}$, $0,25\text{ см}^3$ 20 %-го раствора серной кислоты, 1 см^3 5 %-го раствора надсернического аммония, $1,5\text{ см}^3$ 30 %-го раствора роданида аммония и 3 см^3 изоамилового спирта. Тщательно перемешайте полученный раствор сравнения и оставьте его до расслоения.

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если наблюдаемая окраска спиртового слоя анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски спиртового слоя раствора сравнения.

Опыт 2. Определение массовой концентрации кальция

В выпарительную чашку поместите 10 см^3 анализируемой воды, отмеренной цилиндром, и выпарите досуха. Сухой остаток обработайте $0,2\text{ см}^3$ 10 %-го раствора соляной кислоты и количественно перенесите 5 см^3 воды в пробирку. Затем прибавьте 1 см^3 раствора гидроксида натрия (1 н.), $0,5\text{ см}^3$ раствора мурексида и перемешайте.

В другую пробирку поместите $4,2\text{ см}^3$ дистиллированной воды, $0,8\text{ см}^3$ стандартного раствора, содержащего $0,01\text{ мг/см}^3\text{ Ca}$, $0,2\text{ см}^3$ 10 %-го раствора соляной кислоты, 1 см^3 раствора гидрок-

сида натрия (1 н.), 0,5 см³ раствора мурексида (0,05 %). Полученный раствор сравнения тщательно перемешайте.

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если наблюдаемая через пять минут розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым раствором.

Опыт 3. Определение массовой концентрации меди

Приготовьте две пробирки. В первую пробирку поместите 50 см³ анализируемой воды, отмеренной цилиндром. Прибавьте 1 см³ 25 %-го раствора соляной кислоты. Раствор перемешайте, добавьте 3,8 см³ изоамилового спирта и дважды по 1 см³ 0,1 %-го раствора N,N-диэтилдитиокарбамата натрия. Полученный раствор перемешайте и оставьте до полного расслоения.

В другую пробирку поместите 25 см³ анализируемой воды, отмеренной цилиндром, 0,5 см³ стандартного раствора, содержащего 0,001 мг/см³ Cu, 1 см³ 25 %-го раствора соляной кислоты, 3 см³ изоамилового спирта и 2 см³ 0,1 %-го раствора N,N-диэтилдитиокарбамата натрия. Полученный раствор сравнения перемешайте и оставьте до полного расслоения.

Анализируемую воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если наблюдаемая окраска спиртового слоя анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски спиртового слоя раствора сравнения.

Опыт 4. Определение массовой концентрации свинца

В выпарительную чашку поместите 20 см³ анализируемой воды, отмеренной цилиндром, и выпарите досуха. Сухой остаток обработайте 1 см³ 10 %-го раствора уксусной кислоты и снова выпарите досуха. Затем чашку охладите на асбестовой сетке, остаток обработайте 0,1 см³ 10 %-го раствора уксусной кислоты и количественно перенесите в пробирку, используя 3 см³ дистиллированной воды. Прибавьте 0,2 см³ 1 %-го раствора железистосинеродистого калия, 0,25 см³ сульфарсазена. Содержимое пробирки пере-

мешайте, прибавьте 2 см^3 раствора тетраборнокислого натрия ($0,05\text{ моль/дм}^3$). Снова перемешайте анализируемый раствор.

В другую пробирку поместите 2 см^3 дистиллированной воды, 1 см^3 стандартного раствора, содержащего $0,001\text{ мг Pb}$, $0,1\text{ см}^3$ 10 %-го раствора уксусной кислоты, $0,2\text{ см}^3$ 1 %-го раствора железистосинеродистого калия, $0,25\text{ см}^3$ сульфарсазена и 2 см^3 раствора тетраборнокислого натрия ($0,05\text{ моль/дм}^3$). Полученный раствор сравнения хорошо перемешайте.

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая по оси пробирки в проходящем свете на белом фоне, не будет интенсивнее окраски раствора сравнения.

Опыт 5. Определение массовой концентрации цинка

В выпарительную чашку поместите пипеткой 5 см^3 анализируемой воды и выпарите досуха. Чашку охладите, сухой остаток количественно перенесите в пробирку, используя 3 см^3 дистиллированной воды. В другую пробирку для получения раствора сравнения поместите 1 см^3 раствора, содержащего $0,001\text{ мг Zn}$ и 2 см^3 дистиллированной воды.

После этого в обе пробирки добавьте при перемешивании $0,8\text{ см}^3$ 10 %-го раствора винной кислоты, $0,2\text{ см}^3$ 10 %-го раствора лимонной кислоты, $0,8\text{ см}^3$ 5 %-го раствора аммиака и $0,5\text{ см}^3$ сульфарсазена ($0,02\text{ \%}$).

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая по оси пробирки в проходящем свете на белом фоне, не будет интенсивнее окраски раствора сравнения.

Опыт 6. Определение массовой концентрации алюминия

В выпарительную чашку поместите 60 см^3 анализируемой воды, отмеренной цилиндром, и выпарите досуха. Остаток растворите в $0,25\text{ см}^3$ раствора соляной кислоты ($0,1\text{ н.}$), прибавьте 2 см^3 дистиллированной воды и количественно перенесите в пробирку, используя 8 см^3 воды.

В другую пробирку для получения раствора сравнения поместите 7 см^3 дистиллированной воды, 3 см^3 раствора, содержащего $0,001\text{ мг/см}^3$ Al и $0,25\text{ см}^3$ $0,1\text{ н.}$ раствора соляной кислоты.

После этого в обе пробирки при перемешивании прибавьте 10 см^3 ацетатного буферного раствора (pH 3,4) и 1 см^3 раствора ксиленолового оранжевого. Пробирки поместите в термостат (80°C) на пять минут и охладите.

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если наблюдаемая на светлом фоне розовая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения.

Часть 3. Определение массовой концентрации веществ, восстанавливающих перманганат калия

Оборудование: электроплитка, водяная баня, цилиндр вместимостью 250 см^3 , термостойкие химические стаканы, стеклянные палочки, сетка асбестированная, пипетки калибровочные объёмом $1, 2\text{ см}^3$.

Реактивы: перманганат калия ($0,01\text{ н.}$), серная кислота (20%).

Порядок выполнения работы

Поместите в термостойкую колбу 250 см^3 анализируемой воды, отмеренной цилиндром. Прибавьте 2 см^3 20% -го раствора серной кислоты и $0,25\text{ см}^3$ раствора перманганата калия ($0,01\text{ н.}$). Полученный раствор кипятите 3 минуты.

Воду считают соответствующей требованиям ГОСТ 6709-72, если при наблюдении в проходящем свете на белом фоне в анализируемом растворе будет заметна розовая окраска, при сравнении с равным объёмом той же воды, к которой не прибавлены вышеперечисленные реактивы. 1 см^3 раствора перманганата калия концентрации $0,01\text{ н.}$ соответствует $0,08\text{ мг}$ кислорода.

*Часть 4. Определение водородного показателя
и удельной электрической проводимости дистиллированной воды*

Оборудование: универсальный иономер, кондуктометр.

Порядок выполнения работы

Определите pH воды на универсальном иономере со стеклянным электродом при 20°C и удельную электрическую проводимость на кондуктометре (20°C). Сравните полученные результаты с нормируемыми по ГОСТ 6709-72.

4. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

При работе в лаборатории каждый студент обязан соблюдать следующие правила:

- все работы вести точно и аккуратно, соблюдать тишину;
- работы с вредными веществами проводить только под тягой;
- сливать отработанные растворы в специально предназначенные для этих целей ёмкости;
- горячие приборы и посуду ставить только на специальные подставки;
- не нагревать плотно закрытые колбы;
- не оставлять работающую установку без присмотра;
- после выполнения всех экспериментов привести рабочее место в порядок, помыть использованную посуду, выключить воду и электричество.

Работать в лаборатории разрешается только в халате, в случае необходимости следует использовать индивидуальные средства защиты. К выполнению работы студенты допускаются после инструктажа по технике безопасности и допуска преподавателем к работе.

5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Дайте определения терминам «дистиллят», «бидистиллят», «дистиллированная вода».

2. В аппаратах какого типа получают дистиллированную воду?
3. Какие примеси могут содержаться в дистиллированной воде?
4. Какой нормативный документ устанавливает требования к качеству дистиллированной воды?
5. Какие показатели качества контролируются в дистиллированной воде?
6. Как правильно хранить дистиллированную воду?
7. Какие меры предпринимают для освобождения дистиллированной воды от растворённых в ней диоксида углерода и кислорода?
8. Что может происходить при длительном хранении дистиллированной воды в стеклянной посуде?
9. В каких методах анализа используют особо чистую воду?
10. Почему для получения особо чистой воды используют аппаратуру из кварцевого стекла?
11. Что представляет собой процесс деионизации?
12. Какие две степени чистоты воды устанавливает нормативный документ ГОСТ Р 52501-2005?
13. Какие показатели контролируются в особо чистой воде согласно ГОСТ Р 52501-2005?

6. СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

Основная

1. Лебухов, В. И. Физико-химические методы исследования [Электронный ресурс] : учебник / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова; под ред. А. И. Окара. – Санкт-Петербург : Лань, 2012. – 480 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4543

Дополнительная

2. Лесс, В. Р. Практическое руководство для лаборатории. Специальные методы / пер. с нем. под ред. И. Г. Зенкевича [и др.]. – СПб. : Профессия, 2011. – 472 с.

3. Карпов, Ю. А. Аналитический контроль в металлургическом производстве : учеб. пособие для студентов вузов, обуч. по направлению подготовки бакалавров «Металлургия» и направлению подготовки дипломир. специалистов «Металлургия» / Ю. А. Карпов, А. П. Савостин, В. Д. Сальников. – М. : Академкнига, 2006. – 352 с.

4. Мак-Махон, Д. Аналитические приборы. Руководство по лабораторным, портативным и миниатюрным приборам / пер. с англ. под ред. Л. Н. Москвина. – СПб. : Профессия, 2009. – 352 с.

5. ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия. – М. : Изд-во стандартов, 2004. – 9 с.

6. ГОСТ Р 52501-2005. Вода для лабораторного анализа. Технические условия. – М. : Стандартинформ, 2006. – 7 с.