

ХИМИЯ. ЧАСТЬ 2

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 21.03.01*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2020**

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет

Кафедра физической химии

ХИМИЯ. ЧАСТЬ 2

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 21.03.01*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2020

УДК 544.3 (073)

ХИМИЯ, ЧАСТЬ 2: Методические указания к лабораторным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *И.В. Берлинский, Д.С. Луцкий, М.А. Пономарева*. СПб, 2020. 41 с.

Изложено описание установок и методик лабораторных работ по дисциплине «Химия, часть 2». Разобраны базовые методы обработки экспериментальных данных. Приведены основные положения практического применения теории погрешностей.

Предназначены для студентов бакалавриата направления 21.03.01 «Нефтегазовое дело».

Научный редактор проф. *О.В. Черемисина*

Рецензент доц. *Н.Г. Суходолов* (Санкт-Петербургский государственный университет)

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторные работы по дисциплине «Химия, часть 2» проводятся с целью закрепления теоретического материала, который излагается на лекциях. В ходе лабораторного практикума студенту ставится задача освоить приемы и методы ведения физико-химического эксперимента, приобрести навыки работы с аппаратурой, научиться основным способам обработки экспериментальных данных и оценки погрешностей полученных результатов.

В методических указаниях представлен материал по выполнению лабораторных работ, которые проводятся в курсе физической химии в Горном университете. Проведение каждой лабораторной работы рассчитано на 1,5 часа (1 учебная пара), в течение которой студенты делают экспериментальную часть и заносят полученные данные в протокол лабораторной работы.

Методические указания знакомят студентов с основными теоретическими положениями, относящимися к данной лабораторной работе или группе лабораторных работ со схожей тематикой, основным оборудованием и приемами работы на нем, правилами оформления лабораторных протоколов, обработкой результатов эксперимента.

Перед выполнением лабораторной работы студенты должны получить к ней допуск. Для допуска требуется знание теоретических основ выполняемой работы в пределах данных методических указаний, хода ее выполнения, порядка записи и обработки результатов измерений и вычисления погрешностей, наличие протокола ведения эксперимента, содержащего необходимые исходные данные и таблицы для записи экспериментальных данных образец протокола, приводится в описании каждой лабораторной работы.

Для выполнения экспериментов после получения допуска студент получает от преподавателя индивидуальное задание. Полученные результаты эксперимента должны быть сразу занесены в протокол. Он должен быть выполнен по возможности аккуратно, в протокол необходимо занести используемое оборудование, реактивы, все экспериментальные данные, концентрации

использованных растворов и др. В конце работы экспериментальные данные предъявляются преподавателю. Протокол является неотъемлемой частью отчета и должен быть подписан преподавателем с указанием даты выполнения работы. Исправления, подтирки, корректор в протоколе не допускаются. Новые измерения

Должны заноситься ниже прежних и опять подписываться преподавателем. Отчет без подписанного протокола на проверку не принимается, а лабораторная работа выполняется вновь.

Отчет по лабораторной работе вместе с протоколом сдается преподавателю не позднее начала следующей лабораторной работы. Отчет должен быть оформлен в соответствии с индивидуальным заданием согласно методическим указаниям к конкретной работе.

Преподаватель проверяет отчет и может возратить его для исправления ошибок либо для переделки лабораторной работы. Возврат отчета на исправление допускается не более двух раз и только в течение месяца со дня выполнения работы. По истечении этого срока, если отчет не принят, работа подлежит переделке с новым персональным заданием. Принятый отчет подлежит защите. На защите требуется знание теоретического и практического материала по защищаемой лабораторной работе.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Погрешность измерений

Точность измерения тем больше, чем меньше относительная погрешность ε , представляющая собой соотношение абсолютной погрешности Δx_i к самой измеряемой величине:

$$\varepsilon = \frac{\Delta x_i}{x_{\text{ист}}}$$

Абсолютная погрешность результата измерений определяется разностью измеренной и истинной величин:

$$\Delta x_i = x_i - x_{\text{ист}}$$

Точность измерения зависит как от систематических ошибок (правильность), так и от случайных ошибок (воспроизводимость).

Систематические ошибки вызываются факторами, действующими при сколько угодно большом числе измерений, например, неправильная концентрация раствора, сбита нулевая точка стрелочного прибора, недопустимо грубое округление справочных данных. Исключение или сведение к минимуму систематических ошибок является обязанностью любого исследователя.

Случайные ошибки вызываются непредсказуемыми и поэтому не контролируемыми явлениями. Случайные ошибки могут возникать за счет погрешностей при приготовлении растворов, определении концентраций. Величина случайной погрешности (случайной ошибки) серии измерений не может быть меньше точности измерительного прибора. Поэтому представление результатов с точностью лучшей, чем погрешность измерительного прибора, является такой же грубой ошибкой, как и полное игнорирование погрешностей или произвольное «округление» результатов до первой или второй значащих цифр.

Особый тип погрешностей составляют промахи (грубые ошибки), чаще всего возникающие по вине экспериментатора. Это грубые ошибки в получении показаний из-за неверного расчета

цены деления, грубые ошибки в расчетах и т.д. Необходимо уметь быстро выделять промахи из серии измерений и исключать их из дальнейшего рассмотрения.

Выражение результатов измерений и расчетов

Данные экспериментов и полученные их значения различных величин обычно представляют в виде таблиц, графиков или уравнений.

Экспериментальные данные должны быть записаны с максимально возможной точностью. При использовании мерной градуированной посуды (пипеток, бюреток), нецифрового измерительного оборудования (термометров, рН-метров и др.) данные регистрируют, как правило, с точностью до «цена деления пополам».

В таблицах должны быть представлены численные значения с тем числом значащих цифр, которые отвечают погрешности эксперимента. Результаты вычислений следует округлить так, чтобы с одной стороны, не потерять при расчетах точности измерений, а с другой стороны – не приводить лишних цифр расчета, чтобы не создавать ложного представления о высокой точности эксперимента. Поэтому, прежде чем округлять полученные результаты, следует оценить погрешность полученной величины и затем округлить числа так, чтобы последняя цифра (включая ноль) в числе была первой сомнительной цифрой, а предпоследняя отвечала погрешности измерения.

При определении систематической погрешности измерительного оборудования используют его класс, указывающий погрешность в процентах. При отсутствии класса погрешность измерительного оборудования определяют, как цену одного деления шкалы. Абсолютную и относительную погрешности обычно округляют до первой или второй значащей цифры. Точность измерения тем больше, чем меньше относительная погрешность, т.е. абсолютная погрешность, отнесенная к самой измеряемой величине.

Результаты вычислений записывают следующим образом: $x_i \pm \delta x_i$, где x_i – измеренная величина; δx_i – абсолютная погрешность.

$$\delta x_i = \frac{\varepsilon}{100} x_{\text{ист}} = \frac{s_i}{100} \bar{x},$$

где $x_{\text{ист}}$ – истинное значение измеряемой величины; ε – относительная погрешность, т.е. абсолютная погрешность, отнесенная к самой измеряемой величине; \bar{x} – среднеарифметическое значение, которое вычисляется по уравнению:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n},$$

в котором n – число измерений; s_i – величина среднеквадратической погрешности, вычисляемой по уравнению:

$$s_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{n-1}}.$$

При ограниченном числе измерений необходимо оценивать вероятность отклонения измеренного и среднего значений от истинного значения, что можно выполнить при помощи понятия среднеквадратического отклонения измеряемой величины σ . Чем меньше среднеквадратическое отклонение, тем измеренное или среднее значение ближе к истинной величине.

Величина среднеквадратического отклонения связана со среднеквадратической погрешностью уравнением:

$$\sigma = t \frac{s_i}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{n(n-1)}},$$

где t – коэффициент Стьюдента, который берется для заданного значения доверительной вероятности.

В большинстве случаев при выполнении физико-химических измерений величину доверительной вероятности принимают равной 0,95, для которой $\delta x_i = 2\sigma$.

В зависимости от числа измерений коэффициент Стьюдента имеет следующие значения:

<i>n</i>	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14	15
<i>t</i>	12,7	4,3	3,2	2,8	2,6	2,4	2,4	2,3	2,3	2,2	2,2	2,2	2,1

Число цифр после запятой и число нулей в больших числах должно быть одинаковым у значения и его абсолютной погрешности. Например, расчет показал, что при доверительной вероятности 0,95 относительная погрешность $\varepsilon = 1,4512 \% \approx 1,5 \%$. При такой погрешности значения, полученные расчетным путем, следует округлять и записывать следующим образом:

Результат	12775571 Дж	0,3511253 М	3,498325
Запись результата	$(1,278 \pm 0,019) \cdot 10^4$ кДж	$0,351 \pm 0,005$ М	$3,50 \pm 0,05$

При составлении таблиц все результаты, которые изменяются незначительно или подлежат усреднению, следует записывать единообразно, т.е. с одинаковым числом значащих цифр и одинаковым порядком.

В названиях всех граф таблицы должны быть указаны величины и их единицы. Одинаковый порядок значений величин данной графы лучше указывать в шапке таблицы (см. пример – таблицу 1).

Таблица 1
Результаты анализа содержания кальция в пробах воды ($V_a = 100$ мл)

№ опыта	$V_{\text{ТрБ}}(1)$, мл	$V_{\text{ТрБ}}(2)$, мл	$V_{\text{ТрБ}}(\text{ср.})$, мл	$C_{\text{Ca}} \cdot 10^3$, М
1	3,60	3,60	3,60	1,80
2	3,30	3,40	3,35	1,68
3	3,90	3,90	3,90	1,95
4	3,50	3,50	3,50	1,75
5	3,90	3,80	3,85	1,93
6	3,90	4,00	3,95	1,98
7	4,10	4,00	4,05	2,03
8	4,80	4,80	4,80	2,40
9	4,00	4,90	4,95	2,48

Графическое изображение экспериментальных и расчетных данных отличается большей наглядностью, чем табличное. Оно позволяет выяснить тенденции изменения функции, заметить экстремальные точки, перегибы, выполнить графическое дифференцирование и интегрирование функций, не интересуясь

математическим видом соответствующей зависимости. Недостатком графиков, по сравнению с таблицами, является обычно большая потеря точности при получении с него численных значений аргумента и/или функции.

По оси абсцисс обычно откладывают значения независимой переменной, которая изменяется по воле исследователя: время, температура, давление, другие регулируемые параметры состояния системы. По оси ординат обычно откладывается функция от независимой переменной. Если есть еще и вторая независимая переменная, влияющая на функциональную зависимость, на одном чертеже допустимо построение нескольких кривых. Размер графиков при составлении отчета по лабораторной работе – примерно 10×10 или 15×15 см.

Масштаб следует выбирать так, чтобы координаты любой точки могли быть определены легко и быстро, желательно только путем деления на $2 \cdot 10^n$. Масштаб по осям координат следует выбирать таким образом, чтобы графическая зависимость находилась примерно по середине поля построения графика и занимала большую часть графического пространства. Оси следует подписать и указать единицы измерения величин.

После того, как выбран масштаб графика, на него наносят экспериментальные точки. Если для экспериментальных точек определена погрешность, то ее тоже нужно отразить на графике.

В большинстве требуется линеаризовать зависимость, т.е. вместо сложной криволинейной зависимости от аргумента получить прямолинейную зависимость, произведя замену функции и аргумента на некоторые их производные ($\log x$, $1/x$ и др.). Такие графики удобнее криволинейных тем, что позволяют легко и быстро производить интерполяцию (определение значения функции между ее измеренными значениями), экстраполяцию (определение значения функции за пределами измерений), графическое дифференцирование и интегрирование, находить аппроксимационные уравнения.

Если же линеаризация зависимости невозможна или по какой-либо причине нежелательна, между измеренными точками проводят плавную кривую. При построении любых графических

зависимостей следует стремиться к тому, чтобы прямая или кривая проходила через большинство точек с учетом погрешности, а выпадающие точки находились равномерно по обе стороны зависимости. Толщина линий должна быть такой, чтобы она не ухудшала точности измерений и расчетов.

Обычно при физико-химических измерениях вид функциональной зависимости известен заранее из теоретических соображений. Соответственно задача исследователя сводится к определению коэффициентов уравнения и определению среднеквадратического отклонения экспериментальных данных от полученных зависимостей.

Проще всего данная задача решается при линейной зависимости между функцией и аргументом. В этом случае необходимо найти коэффициенты a и b уравнения $y = ax + b$. Простейший способ нахождения этих коэффициентов – графический, т.е. построение соответствующей прямой. Тангенс угла наклона прямолинейной зависимости соответствует a , а точка пересечения с осью ординат соответствует b . Однако b чаще определяют простой подстановкой найденной величины a в уравнение прямой зависимости. Тангенс угла наклона прямой находят как соотношение длин противолежащего и прилежащего катетов. Длину катета определяют как разность значений в масштабе оси координат. Зависимость можно обработать при помощи Microsoft Excel. Для этого:

- 1) выделить на графике диапазон данных;
- 2) в меню «диаграмма» выбрать «добавить линию тренда»;
- 3) выбрать тип линии тренда «линейный»;
- 4) открыть вкладку «параметры»;
- 5) отметить позицию «показывать уравнение на диаграмме»;
- 6) щелкнуть кнопку «ОК».

Пример построения и обработки графических зависимостей представлен на рисунке 1.

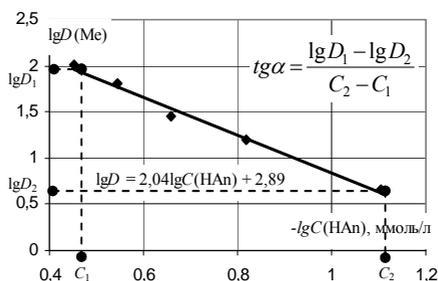


Рис. 1. Пример построения графика и определения величины тангенса угла наклона прямолинейной зависимости

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИНТЕГРАЛЬНОЙ ТЕПЛОТЫ РАСТВОРЕНИЯ СОЛИ И ТЕПЛОТЫ ГИДРАТООБРАЗОВАНИЯ

Цель работы: определение теплового эффекта процессов растворения соли и гидратообразования.

Сущность работы: при растворении солей часто наблюдается экзо- или эндотермический эффект. Для определения теплового эффекта процесса гидратообразования необходимо знать теплоемкость системы и изменение температуры системы, вызванное процессами растворения безводной соли и ее кристаллогидрата

Оборудование и реактивы. Стекланный стакан объемом 500 мл – 1 шт. Фарфоровый или стеклянный внешний стакан объемом 750 мл – 1 шт. Стеклянная палочка для перемешивания – 1 шт. Кристаллизатор – 1 шт. Штатив с лапками – 1 шт. Термометр Бекмана – 1 шт. Мерный цилиндр объемом 100 мл или 25 мл (для определения объема ртутного баллона термометра Бекмана) – 1 шт. Мерный цилиндр объемом 500 мл – 1 шт. Секундомер – 1 шт. Весы лабораторные – 1 шт. Безводная соль (сульфат меди, никеля или магния). Кристаллогидрат этой соли.

Выполнение работы

1. Собрать калориметрическую установку.

2. Получить у преподавателя наименование соли, с которой будет выполняться эксперимент (сульфат меди, никеля или магния).

3. Решить задачу. Масса безводной соли 5 г. Какую массу будет иметь эквимолярное количество кристаллогидрата этой соли (проверить правильность решения у преподавателя)?

4. Отобрать навески безводной соли и кристаллогидрата.

5. Взвесить на технических весах стеклянный внутренний стакан и стеклянную палочку для перемешивания $m_{ст}$.

6. Определить объем ртутного баллона термометра. Для этого опустить «нос» термометра в мерный цилиндр объемом 100 мл или 25 мл, куда предварительно налито 50 мл или 15 мл воды и по разности уровней воды определить объем ртути, V_{Hg} .

7. Во внутренний стакан калориметрической установки поместить 300 мл (300 г) дистиллированной воды V_{H_2O} и опустить в воду термометр Бекмана.

8. Для установления температурного равновесия перед началом опыта выждать 2-3 мин, помешивая воду в стакане.

9. Пустить секундомер и через каждые 30 секунд записывать показания температуры (таблица 2) по термометру Бекмана в течение 5 минут (10 показаний) при постоянном перемешивании (начальный период).

10. Не прекращая отсчета времени и измерения температуры высыпать навеску безводной соли во внутренний стакан калориметра и размешать до полного растворения (главный период). По-прежнему через каждые 30 секунд записывать показания термометра Бекмана до установления равномерного изменения температуры в калориметрической установке.

11. Получить еще 10 показаний при равномерном изменении температуры как в п. 9 (конечный период).

12. Повторить п.п. 7 – 11 с кристаллогидратом данной соли.

Содержание протокола лабораторной работы

1. Название исследуемой соли и ее формула.

2. Формула кристаллогидрата.

3. Масса безводной соли m_{MeAn} .

4. Решение задачи согласно п. 3 и масса кристаллогидрата $m_{\text{MeAn} \cdot x\text{H}_2\text{O}}$.
5. Масса стеклянного внутреннего стакана + масса стеклянной палочки $m_{\text{ст}} = \dots$, г.
6. Объем дистиллированной воды во внутреннем стакане $V_{\text{H}_2\text{O}}$, мл.
7. Объем ртутного баллона термометра Бекмана V_{Hg} , мл.
8. Масса раствора безводной соли $m_{\text{р-р1}} = m_{\text{H}_2\text{O}} + m_{\text{MeAn}}$.
9. Масса раствора кристаллогидрата:
 $m_{\text{р-р2}} = m_{\text{H}_2\text{O}} + m_{\text{MeAn} \cdot x\text{H}_2\text{O}}$.
10. Изменения температуры при опыте с безводной солью и кристаллогидратом:

Таблица 2

Значения изменения температуры с течением времени при проведении опыта с безводной солью и кристаллогидратом

Опыт с безводной солью		Опыт с кристаллогидратом	
Время, с	Температура, °Б	Время, с	Температура, °Б
30		30	
60		60	
90		90	
...		...	

Обработка результатов эксперимента

При оформлении работы все расчеты производятся для каждого опыта отдельно.

1. Результаты эксперимента оформить в виде таблиц:

Таблица 3

Зависимость изменения температуры от времени при опыте с безводной солью

Время, с	Температура, °Б	Время, с	Температура, °Б	Время, с	Температура, °Б
Начальный период		Главный период		Конечный период	

Таблица 4

Зависимость изменения температуры от времени при опыте с кристаллогидратом

Время, с	Температура, °Б	Время, с	Температура, °Б	Время, с	Температура, °Б
Начальный период		Главный период		Конечный период	

2. Построить графики зависимости $T=f(\tau)$, отражая показания температуры по начальному и конечному периодам (рисунок 2).

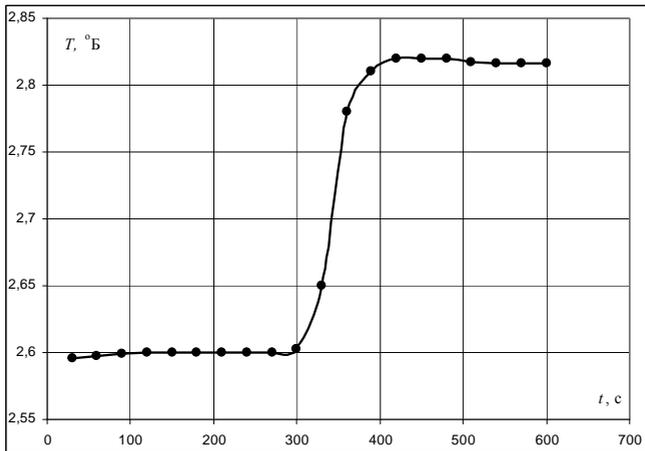


Рис. 2. Образец построения зависимости изменения температуры от времени

3. Обработать полученные графические зависимости по следующей схеме:

- провести линии тренда для начального и конечного периодов;
- соединить последнюю точку начального периода с начальной точкой конечного периода;
- полученную линию разделить пополам;
- через точку середины провести перпендикуляр к оси абсцисс;
- продлить линии тренда начального и конечного периодов до пересечения с перпендикуляром – получим значение изменения температуры ΔT (рисунок 3).

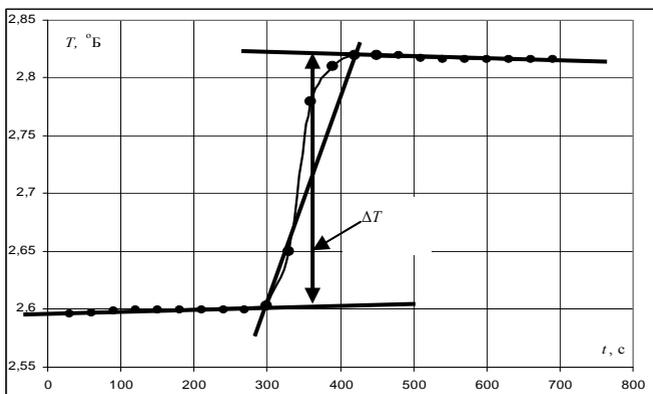


Рис. 3. Пример графической обработки результатов эксперимента

4. Рассчитать теплоемкость калориметрической установки по уравнению:

$$C_{cal} = C_{p-p}m_{p-p} + C_{Hg}V_{Hg} + C_{ст}m_{ст}, \text{ Дж/К},$$

где C_{p-p} – удельная теплоемкость раствора, 4,18 Дж/г·К; m_{p-p} – масса раствора во внутреннем стакане, г; C_{Hg} – объемная теплоемкость ртути и стекла, 1,92 Дж/см³·К, V_{Hg} – объем баллона термометра, содержащего ртуть, мл; $C_{ст}$ – удельная теплоемкость стекла, 0,79 Дж/г·К; $m_{ст}$ – общая масса стеклянных частей калориметрической установки, г.

5. Вычислить интегральную теплоту растворения безводной соли и кристаллогидрата по уравнению:

$$\Delta_{solv}H = -\frac{C_{cal}\Delta T}{n_{соли}}, \text{ Дж/моль},$$

где $n_{соли}$ – количество вещества соли (безводной или кристаллогидрата), моль.

6. Вычислить тепловой эффект процесса гидратации по уравнению:

$$\Delta_{hydr}H = \Delta_{solv}H_{MeSO_4} - \Delta_{solv}H_{MeSO_4 \cdot nH_2O}.$$

7. Оценить относительную инструментальную ошибку:

$$\varepsilon = \frac{\delta H}{\Delta H} = \sqrt{\left(\frac{\delta C_{cal}}{C_{cal}}\right)^2 + 2\left(\frac{\delta T}{T}\right)^2 + 2\left(\frac{\delta m_{NaOH}}{m_{NaOH}}\right)^2}.$$

Относительную погрешность расчетного определения теплоемкости системы δC_{cal} обычно принимают равной 3 %; погрешность определения температуры определяется ценой деления термометра Бекмана (0,005 °Б), массы – технической характеристикой весов (0,01 г).

8. Рассчитать абсолютную погрешность измерения теплового эффекта. Ответ записать по форме: $\Delta H = \Delta H \pm \delta H$.

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭНТАЛЬПИИ ДИССОЦИАЦИИ СЛАБОГО ЭЛЕКТРОЛИТА

Цель работы: определение суммарного теплового эффекта процессов диссоциации и гидратации слабой кислоты.

Сущность работы: при нейтрализации слабой кислоты щелочью тепловой эффект реакции складывается из эндотермического эффекта диссоциации и экзотермического эффекта процесса нейтрализации. Значение последнего в стандартных условиях составляет величину -55,8 кДж/моль. Для определения теплового эффекта реакции надо определить теплоемкость системы и изменение температуры системы, вызванное реакцией кислоты со щелочью.

Оборудование и реактивы. Стекланный стакан объемом 500 мл – 1 шт.; фарфоровый или стеклянный внешний стакан объемом 750 мл – 1 шт.; пипетка – 1 шт.; стеклянная палочка для перемешивания – 1 шт.; кристаллизатор – 1 шт.; штатив с лапками – 1 шт.; термометр Бекмана – 1 шт.; мерный цилиндр объемом 100 мл или 25 мл – 1 шт.; мерный цилиндр объемом 500 мл – 1 шт.;

секундомер, весы, раствор слабой кислоты (уксусной или муравьиной); гидроксид натрия или калия – раствор концентрации 1 моль/кг.

Выполнение работы

1. Получить у преподавателя наименование слабой кислоты, с которой будет выполняться эксперимент.

2. Взвесить на технических весах внутренний стакан калориметрической установки, пипетку и стеклянную палочку-мешалку.

3. Определить объем ртутного баллона термометра. Для этого опустить «нос» термометра в мерный цилиндр объемом 100 мл или 25 мл, куда предварительно налито 50 мл или 15 мл воды и, по разности уровней жидкости в цилиндре, определить объем ртути, V_{Hg} .

4. Во внутренний стакан калориметрической установки поместить 300 мл раствора кислоты $V_{\text{к}}$ (отбирать цилиндром на 500 мл). Массу раствора считать равной 300 г, т.к. раствор разбавленный, и его плотность можно считать равной единице.

5. Налить в пипетку около 20 мл раствора щелочи (3/4 объема пипетки) и взвесить. По разности определить массу щелочи $m_{\text{щ}} = m_{\text{пипетки с раствором}} - m_{\text{пипетки}}$.

6. Собрать калориметрическую установку, проверить герметичность пипетки!!! До окончания опыта пипетка остается в стакане с кислотой!!!

7. Для установления температурного равновесия перед началом опыта выждать 2-3 мин, помешивая воду в стакане.

8. Пустить секундомер и через каждые 30 секунд записывать показания температуры (см. табл.) по термометру Бекмана в течение 5 минут (10 показаний) при постоянном перемешивании (начальный период).

9. Не прекращая отсчета времени и измерения температуры!!! Открыть пипетку и выпустить щелочь в кислоту. Промыть пипетку, приподнимая и опуская ее в стакане. По-прежнему через каждые 30 секунд записывать показания термометра Бекмана до установления до установления равномерного изменения температуры в калориметрической установке (главный период).

10. Получить еще 10 показаний при равномерном изменении температуры в калориметрической установке (конечный период).

Содержание протокола лабораторной работы

1. Название слабой кислоты и ее химическая формула.
2. Концентрация раствора слабой кислоты C_k .
3. Масса стеклянной палочки, г.
4. Масса внутреннего стакана калориметрической установки $m_{\text{стакана}}$, г.
5. Масса раствора $m_{\text{р-ра}}$, г.
6. Масса пипетки $m_{\text{пипетки}}$, г.
7. Масса пипетки со щелочью $m_{\text{пипетки с раствором}}$, г.
8. Масса щелочи $m_{\text{щ}}$, г и ее химическая формула.
9. Объем раствора щелочи $V_{\text{щ}}$, мл.
10. Концентрация раствора щелочи $C_{\text{щ}}$, моль/л.
11. Объем ртутного баллона термометра V_{Hg} , мл.
12. Измерения температуры:

Таблица 5

Значения изменения температуры с течением времени	
Время, с	Температура, °Б
30	
60	
90	
120	
...	

Обработка результатов эксперимента

1. Результаты эксперимента оформить в виде таблицы:

Таблица 6

Результаты лабораторной работы					
Время, с	Температура, °Б	Время, с	Температура, °Б	Время, с	Температура, °Б
Начальный период		Главный период		Конечный период	

2. Построить графики зависимости $T=f(\tau)$, отражая показания температуры по начальному и конечному периодам (рисунок 2).

3. Обработать полученные графические зависимости по следующей схеме:

- провести линии тренда для начального и конечного периодов.
- соединить последнюю точку начального периода с начальной точкой конечного периода.
- полученную линию разделить пополам.
- через точку середины провести перпендикуляр к оси абсцисс.
- продлить линии тренда начального и конечного периодов до пересечения с перпендикуляром – получим значение изменения температуры ΔT (рисунок 3).

4. Рассчитать теплоемкость калориметрической установки по уравнению:

$$C_{cal} = C_{p-p}(m_{p-p} + m_{щ}) + C_{Hg}V_{Hg} + C_{ст}m, \text{ Дж/К},$$

где C_{p-p} – удельная теплоемкость раствора, 4,18 Дж/г·К; m_{p-p} – масса раствора во внутреннем стакане, г; $m_{щ}$ – масса раствора щелочи в пипетке, г; C_{Hg} – объемная теплоемкость ртути и стекла, 1,92 Дж/см³·К, V_{Hg} – объем баллона термометра, содержащего ртуть, мл; $C_{ст}$ – удельная теплоемкость стекла, 0,79 Дж/г·К; m – общая масса стеклянных частей калориметрической установки, г.

5. Вычислить тепловой эффект процессов нейтрализации и диссоциации по уравнению:

$$\Delta_r H = - \frac{C_{cal} \Delta T}{n_{щ}}, \text{ Дж/моль},$$

где $n_{щ}$ – количество вещества щелочи в пипетке, моль,

$$n_{щ} = \frac{C_m m_{p-p}}{1 + C_m M_{щ}},$$

где C_m – моляльная концентрация раствора щелочи (КОН или NaOH), моль/кг; m_{p-p} – масса раствора щелочи, кг; $M_{щ}$ – молярная масса щелочи, кг/моль.

6. Пользуясь справочными данными рассчитать $\Delta_{neutr} H_{298}^{\circ}$ процесса нейтрализации: $H^+ + OH^- = H_2O$.

7. Вычислить изменение энтальпии диссоциации по уравнению:

$$\Delta_{diss}H = \Delta_rH - \Delta_{neur}H.$$

8. Оценить относительную инструментальную ошибку:

$$\varepsilon = \frac{\delta H}{\Delta H} = \sqrt{\left(\frac{\delta C_{cal}}{C_{cal}}\right)^2 + 2\left(\frac{\delta T}{T}\right)^2 + 2\left(\frac{\delta m_{NaOH}}{m_{NaOH}}\right)^2}.$$

Относительную погрешность расчетного определения теплоемкости системы δC_{cal} обычно принимают равной 3%; погрешность определения температуры определяется ценой деления термометра Бекмана (0,005 °Б), массы – технической характеристикой весов (0,01 г).

9. Рассчитать абсолютную погрешность измерения теплового эффекта. Ответ записать по форме: $\Delta H = \Delta H \pm \delta H$.

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ДИССОЦИИИ СЛАБОГО ЭЛЕКТРОЛИТА КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИМ СПОСОБОМ

Цель работы: определить степень и константу диссоциации слабой кислоты путем измерения электропроводности раствора.

Сущность работы: электропроводность раствора электролита зависит от концентрации ионов в растворе и их подвижности. В растворах слабых электролитов концентрация ионов зависит от степени диссоциации. Получив зависимость электропроводности от концентрации электролита, вычисляют его степень диссоциации и константу диссоциации слабого электролита.

Оборудование и реактивы. Кондуктометр или кондуктометр – иономер; магнитная мешалка; химический стакан объемом 100 мл – 5 шт.; химический стакан объемом 50 мл – 1 шт.; химический стакан объемом 250 мл – 1 шт.; мерные колбы объемом 250 мл – 4 шт.; мерная пипетка объемом 50 мл – 1 шт.; мерная пипетка объемом 10 мл – 1 шт.; бюретка для титрования объемом 25 мл – 1 шт.; гидроксид натрия – раствор (концентрация указана на емкости с реактивом); слабая кислота – CH_3COOH или HCOOH – раствор (примерное значение концентрации указано на емкости с реактивом).

Выполнение работы

I. Анализ концентрации раствора слабой кислоты методом кондуктометрического титрования.

1. Получить от преподавателя раствор слабой кислоты.
2. Отобрать аликвоту 10 мл в химический стакан объемом 250 мл.
3. В бюретку залить раствор гидроксида натрия и «занулить» бюретку.
4. Поставить пробу на магнитную мешалку и поместить в раствор якорь магнитной мешалки.
5. Погрузить в стакан с пробой электрод кондуктометра.
6. Долить в стакан для титрования дистиллированную воду до закрытия щели электрода раствором.
7. Включить магнитную мешалку.
8. Зафиксировать показания кондуктометра.
9. Приливать гидроксид натрия из бюретки порциями по 0,5 мл, фиксируя после каждой порции щелочи значение электропроводности раствора.
10. Титрование продолжать до получения изменения хода зависимости удельной электропроводности от объема щелочи.
11. Данные занести в таблицу 7.

II. Получение зависимости удельной электропроводности от содержания слабого электролита в растворе.

1. Приготовить серию из 4 последовательно разбавленных растворов слабого электролита:

1) мерной пипеткой объемом 50 мл отобрать исходный раствор, поместить его в мерную колбу № 1 на 250 мл, довести до метки дистиллированной водой; закрыть колбу пробкой и перемешать раствор, переворачивая колбу не менее 40 раз;

2) из колбы № 1 в колбу № 2 перенести при помощи мерной пипетки 50 мл раствора, довести объем в колбе № 2 дистиллированной водой до метки, закрыть колбу пробкой и перемешать раствор, переворачивая колбу не менее 40 раз;

3) повторить с колбами № 3 и № 4.

2. Пробы приготовленных и исходного растворов отобрать в маркированные химические стаканы объемом 100 мл.

3. Измерить удельную электропроводность приготовленных растворов слабой кислоты путем погружения электрода кондуктометра в стакан с раствором. Начинать измерения следует с самого разбавленного раствора. При погружении электрода в раствор необходимо следить за тем, чтобы щель электрода была полностью закрыта раствором. При переходе от одного раствора к другому электрод следует насухо протереть кусочком фильтровальной бумаги.

4. Результаты измерений занести в таблицу 8.

Содержание протокола лабораторной работы

1. Название слабого электролита.

2. Химическая формула слабого электролита.

2. Ориентировочное значение концентрации слабого электролита (указано на емкости с этим электролитом) C , моль/л.

3. Концентрация раствора гидроксида натрия (титранта) C_{NaOH} , моль/л.

4. Объем пробы слабого электролита, взятый для титрования V_a , мл.

5. Заполнить таблицы 7 и 8.

Таблица 7

Данные для построения кривой кондуктометрического титрования

№ п/п	V_{NaOH} , мл	Удельная электропроводность χ , См/м
1	0	
2	0,5	
3	1	
...
34	17	

Таблица 8

Зависимость удельной электропроводности слабого электролита от его концентрации

№ колбы	Концентрация, моль/л (по ориентировочному значению)	Удельная электропроводность χ , См/м
1		
2		
3		
4		

Обработка экспериментальных данных

1. Определение точного значения концентрации слабого электролита.

1. По данным таблицы 7 построить кривую кондуктометрического титрования, которая будет иметь вид, показанный на рисунке 4.

2. Обработать графически кривую титрования, как показано на рисунке 5, от места пересечения прямых опустить перпендикуляр с оси абсцисс и определить значение эквивалентного объема щелочи.

3. Точное значение концентрации слабого электролита вычислить по формуле:

$$C_{\text{эл-та}} = \frac{C_{\text{NaOH}} V_{\text{Э}}}{V_a},$$

где $V_{\text{Э}}$ – эквивалентный объем щелочи, определенный по кривой титрования, мл; C_{NaOH} – концентрация раствора щелочи, экв./л; V_a – объем аликвоты слабого электролита, мл.

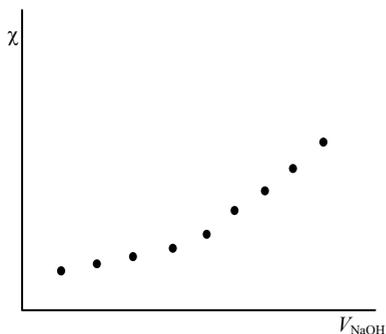


Рис. 4. Кривая кондуктометрического титрования слабой кислоты щелочью

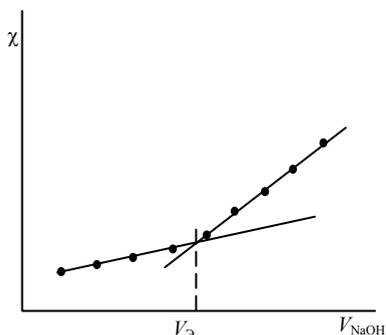


Рис. 5. Графическое определение точки эквивалентности по кривой кондуктометрического титрования

II. Определение константы и степени диссоциации слабого электролита.

Далее в расчетах используется точное значение концентрации слабого электролита, определенное в п. I.

1. Вычислить эквивалентную электропроводность каждого раствора по формуле:

$$\lambda = \frac{\chi \cdot 10^3}{C_N}$$

2. Заполнить таблицу 9.

Таблица 9

Обработка экспериментальных данных

Электролит	C , экв/л	χ , См·м ⁻¹	λ , См·м ² ·экв ⁻¹	$1/\lambda$	λC

3. По данным таблицы построить графики зависимостей $\chi = f(C)$ и $1/\lambda = f(\lambda C)$.

4. По графику $1/\lambda = f(\lambda C)$ найти $1/\lambda^\infty$ посредством экстраполяции зависимости на ось ординат $1/\lambda$ и вычислить λ^∞ . Полученное значение λ^∞ сопоставить с данными [1]. При наличии

сильного расхождения в дальнейших расчетах рекомендуется использовать справочные данные.

5. Рассчитать значение степени диссоциации по уравнению:

$$\alpha = \frac{\lambda}{\lambda^{\infty}}.$$

6. Вычислить значение константы диссоциации по уравнению:

$$K_d = \frac{\alpha^2 C}{1 - \alpha}.$$

7. Заполнить таблицу 10.

Таблица 10

Результаты вычислений				
Электролит	C , моль/л	α	K_d	$\Delta K_d = K_{d \text{ среднее}} - K_d$
		$K_{d \text{ среднее}} = \dots$		

8. Среднее квадратичное отклонение σ рассчитывают по уравнению:

$$\sigma = t \sqrt{\frac{\sum_1^n (\Delta K_d)^2}{n(n-1)}},$$

где t – коэффициент Стьюдента. Для доверительной вероятности 0,95 $t = 3,2$.

9. Окончательный результат представляют в виде:

$$K_d = K_{d \text{ среднее}} \pm \sigma.$$

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.

3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСТАНТЫ НЕСТОЙКОСТИ ТИОЦИАНАТА (РОДАНИДА) ЖЕЛЕЗА ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы. Определение константы нестойкости и энергии Гиббса образования тиоцианатного комплекса железа (III).

Сущность работы. С помощью фотометрического исследования окрашенных комплексов в растворах можно определить их состав и константу нестойкости.

Оборудование и реактивы. Фотоколориметр; мерная колба объемом 100 мл – 1 шт.; мерные колбы объемом 50 мл – 8 шт.; пипетки градуированные объемом 10 мл – 2 шт.; пипетка мерная объемом 5 мл – 1 шт.; пипетка мерная объемом 1 мл – 1 шт.; маркированные химические стаканы объемом 100 мл – 3 шт.; химический толстостенный стакан объемом 75 мл – 1 шт.; груша или шприц – 1 шт.; стандартный раствор соли железа (концентрация реактива указана на емкости с раствором); азотная кислота – раствор, разбавленный 1:1; роданид аммония (или роданид калия) – 1 М раствор.

Выполнение работы

1. Приготовить рабочий раствор соли железа. В маркированный химический стакан отобрать порцию стандартного раствора соли железа. Из химического стакана в мерную колбу объемом 100 мл мерной пипеткой отобрать 5 мл стандартного раствора соли железа, довести уровень жидкости в мерной колбе дистиллированной водой до метки, закрыть колбу пробкой и перемешать раствор, переворачивая мерную колбу не менее 40 раз.

3. В 7 мерных колб на 50 мл поместить по 5 мл рабочего раствора железа, по 1 мл азотной кислоты и раствор роданида калия объемом от 2 до 8 мл с шагом в 1 мл.

4. В отдельной мерной колбе объемом 50 мл приготовить раствор сравнения, содержащий 4 мл 1 М раствора роданида калия (или аммония) и 1 мл азотной кислоты.

При приготовлении раствора сравнения необходимо иметь в виду, что это раствор не должен быть окрашен. Присутствие окраски указывает на неверное приготовление раствора.

5. Объем жидкости во всех колбах на 50 мл довести до метки дистиллированной водой.

6. Колбы закрыть пробками и хорошо перемешать.

7. Измерить оптические плотности растворов.

Измерение оптической плотности.

7.1. Измерять оптическую плотность следует при длине волны 480 нм.

7.2. В кювету толщиной 1 см налить до метки раствор сравнения, перед этим ополоснув кювету раствором 2 раза, и насухо протереть стенки кюветы салфеткой.

7.3. Кювету с раствором сравнения поместить в дальнейшее отделение кюветодержателя.

7.4. В другую кювету толщиной 1 см налить до метки измеряемый раствор, сполоснув кювету им 2-3 раза, и насухо протереть стенки кюветы салфеткой.

7.5. Кювету с измеряемым раствором поместить в ближнее отделение кюветодержателя.

При ополаскивании и заполнении кювет растворами крышка прибора должна быть закрыта и открывается только для установки кювет с растворами в кюветодержатель.

7.6. Для установки длины волны нажать на кнопку «уст. λ », ввести значение длины волны 480 и нажать «Ввод». Прибор осуществит переход на длину волны 480 нм.

7.7. Передвинуть каретку кюветодержателя таким образом, чтобы напротив источника света был установлен раствор сравнения и нажать кнопку «0A/100%T», после чего на экране прибора будет значение 0.

7.8. Передвинуть каретку, чтобы напротив источника света была установлена измеряемая проба и записать значения оптической

плотности с экрана прибора в таблицу 11 протокола лабораторной работы.

7.9. Вернуть каретку на раствор сравнения, вытащить кювету с измеряемой пробой и залить следующий раствор и повторить п. 7.4-7.9 для всех проб.

Перед каждым измерением проверять, чтобы на положении раствора сравнения оптическая плотность была 0, иначе повторно нажать кнопку «0А/100%Т».

Содержание протокола лабораторной работы

1. Концентрация стандартного раствора соли железа $C_{Fe}^{ст}$, моль/л.

2. Объем стандартного раствора соли железа, взятый для приготовления 100 мл рабочего раствора $V_{Fe}^{ст}$, мл.

3. Объем рабочего раствора, взятый для приготовления окрашенных растворов роданида железа $V_{Fe}^{раб}$, мл.

3. Концентрация раствора роданида калия (аммония) C_{KSCN} , моль/л.

4. Толщина кюветы, см.

5. Длина волны, нм.

6. Заполнить таблицу 11.

Таблица 11

Измерения оптической плотности окрашенных растворов роданида железа

V_{KSCN} , мл	D
2	
3	
4	
.....	
8	

Обработка результатов эксперимента

1. Определить концентрацию рабочего раствора соли железа:

$$C_{Fe}^{раб} = \frac{C_{Fe}^{ст} V_{Fe}^{ст}}{100},$$

где 100 – объем приготавливаемого рабочего раствора соли железа, мл.

2. Вычислить содержание железа в колбах на 50 мл:

$$[Fe]_{\text{общ}} = \frac{C_{Fe}^{\text{раб}} V_{Fe}^{\text{раб}}}{50},$$

где $C_{Fe}^{\text{раб}}$ – концентрация рабочего раствора соли железа, моль/л; $V_{Fe}^{\text{раб}}$ – объем рабочего раствора соли железа, взятый для приготовления растворов тиоцианата железа, мл; 50 – объем мерной колбы, мл.

3. Заполнить таблицу 12:

Таблица 12

Обработка экспериментальных данных

$[Fe]_{\text{общ}}$, моль/л	V_{KSCN} , мл	D	$\frac{[Fe]_{\text{общ}}}{D}$, моль/л	$[KSCN]$, моль/л	$[KSCM]^{-1}$	$[KSCM]^{-2}$	$[KSCM]^{-3}$
	2						
	3						
	...						
	8						

$$[KCNS] = \frac{C_{KCNS} V_{KCNS}}{50},$$

где $C_{KSCN} = 1$ моль/л; 50 – объем мерной колбы, мл; V_{KSCN} – берется из условий эксперимента, мл;

4. По данным таблицы построить три графика в координатах:

a) $\frac{[Fe]_{\text{общ}}}{D} = f([KCNS]^{-1});$

b) $\frac{[Fe]_{\text{общ}}}{D} = f([KCNS]^{-2});$

c) $\frac{[Fe]_{\text{общ}}}{D} = f([KCNS]^{-3}).$

5. Для каждого графика построить линию тренда и вывести ее уравнение и величину R^2 .

6. Выделить тот график, где зависимость будет наиболее прямолинейная для дальнейшей работы.

7. Вычислить K_n и ε по формулам $\varepsilon = \frac{1}{a}$ и $K_n = \frac{\text{tg}\alpha}{a}$.

8. Определить значение $\Delta_f G_{298}^{\circ} (\text{Fe}(\text{CNS})_n^{3-n})$ по формуле:

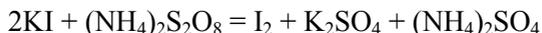
$$\Delta_f G_{298}^{\circ} (\text{Fe}(\text{CNS})_n^{3-n}) = \Delta_f G_{298}^{\circ} (\text{Fe}^{3+}) + n \Delta_f G_{298}^{\circ} (\text{CNS}^-) + RT \ln K_n.$$

9. Сделать вывод об устойчивости роданидного комплекса железа.

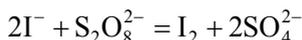
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСТАНТЫ СКОРОСТИ РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ ИОДИДА КАЛИЯ ПЕРСУЛЬФАТОМ АММОНИЯ

Цель работы: определить константу скорости реакции окисления иодида персульфатом аммония при заданных начальных концентрациях реагентов.

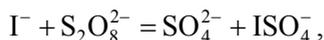
Сущность работы: реакция окисления иодида калия персульфатом аммония:



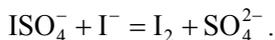
или в ионной форме:



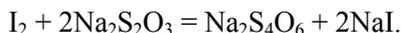
протекает с выделением йода по суммарному второму порядку (по первому порядку для каждого из компонентов). Лимитирующей стадией процесса является образование промежуточного продукта – иона иодсульфата:



который разлагается по реакции:



Образование йода можно увидеть по посинению раствора крахмала. Крахмал является очень чувствительным реагентом на молекулярный йод. Поэтому даже при самой малой скорости реакции при сливании компонентов раствор быстро окрасится в синий цвет. Чтобы задержать появление окраски, в систему добавляется строго определенное количество тиосульфата натрия, который реагирует с выделяющимся йодом по реакции:



Когда весь тиосульфат израсходуется, появляется синяя окраска крахмала. Время, необходимое для реакции тиосульфата может быть измерено по секундомеру.

Оборудование и реактивы. Бюретка объемом 25 мл – 4 шт.; мерная пипетка объемом 5 мл (для крахмала) – 1 шт.; секундомер; колба круглая объемом 100 мл – 5 шт.; химический стакан объемом 50 мл – 5 шт.; химический стакан объемом 25 мл (для персульфата) – 1 шт.; иодид калия – 0,2 М раствор; тиосульфат натрия – 0,02 М раствор; крахмал – 1 % раствор; персульфат аммония – 0,2 М раствор.

Выполнение работы

1. В каждую из 5 колб при помощи маркированных бюренок отмерить порции растворов иодида калия, тиосульфата натрия и дистиллированную воду в количествах, указанных в таблице 1. Мерной пипеткой объемом 5 мл в каждую колбу отобрать порцию крахмала. Содержимое колб перемешать.

2. В маркированный химический стакан объемом 25 мл отмерить указанный объем персульфата, вылить в колбу с приготовленной реакционной смесью и одновременно включить секундомер.

3. При появлении синего окрашивания секундомер останавливают и записывают время опыта.

4. П.п. 2 и 3 выполнить для всех колб.

Таблица 13

Экспериментальные данные

№	Объем растворов, мл						Время, с
	KI	Na ₂ S ₂ O ₃	H ₂ O	крахмал	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈	V _{общ}	
Вариант 1							
1	10	2	8	5	10	35	
2	10	4	6	5	10	35	
3	10	6	4	5	10	35	
4	10	8	2	5	10	35	
5	10	10	0	5	10	35	
Вариант 2							
1	12	2	9	5	12	40	
2	12	4	7	5	12	40	
3	12	6	5	5	12	40	
4	12	8	3	5	12	40	
5	12	10	1	5	12	40	
Вариант 3							
1	14	2	10	5	14	45	
2	14	4	8	5	14	45	
3	14	6	6	5	14	45	
4	14	8	4	5	14	45	
5	14	10	2	5	14	45	
Вариант 4							
1	16	2	16	5	16	55	
2	16	4	14	5	16	55	
3	16	6	12	5	16	55	
4	16	8	10	5	16	55	
5	16	10	8	5	16	55	
Вариант 5							
1	18	2	17	5	18	60	
2	18	4	15	5	18	60	
3	18	6	13	5	18	60	
4	18	8	11	5	18	60	
5	18	10	9	5	18	60	

Содержание протокола лабораторной работы

1. Концентрация раствора иодида калия.
2. Концентрация раствора тиосульфата натрия.
3. Концентрация раствора персульфата аммония (или натрия).

4. Часть таблицы 13, соответствующая номеру Вашего варианта с отмеченным временем протекания реакции.

Обработка результатов эксперимента

Заполнить таблицу 14.

Таблица 14

Обработка экспериментальных данных

№ опыта	$C_{\text{реакция}}(\text{KI})$, моль/л	$C_{\tau}(\text{KI})$, моль/л	k_i , моль ⁻¹ ·л·с ⁻¹	$k_i - \bar{k}$	$(k_i - \bar{k})^2$
			$\bar{k} = \dots$		$\Sigma(k_i - \bar{k})^2 =$

$C_{\text{реакция}}(\text{KI})$ – концентрация иодида калия, израсходованного на реакцию с персульфатом натрия (аммония):

$$C_{\text{реакция}}(\text{KI}) = C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{C_{\text{исх}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V_{\text{общ}}},$$

где, $C_{\text{исх}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – концентрация тиосульфата натрия, указанная на емкости с реактивом, моль/л; $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – объем тиосульфата натрия, взятый на приготовление реакционной смеси согласно номеру варианта по табл. 1, мл; $V_{\text{общ}}$ – общий объем реакционной смеси согласно номеру варианта по табл. 1, мл.

$C_{\tau}(\text{KI})$ – концентрация иодида калия в данный момент времени:

$$C_{\tau}(\text{KI}) = C_0(\text{KI}) - C_{\text{реакция}}(\text{KI}),$$

где $C_0(\text{KI})$ – концентрация иодида калия в реакционной смеси в начальный момент времени ($\tau = 0$ с.), моль/л

$$C_0(\text{KI}) = \frac{C_{\text{исх}}(\text{KI})V(\text{KI})}{V_{\text{общ}}},$$

где $C_{\text{исх}}(\text{KI})$ – концентрация иодида калия, указанная на емкости с реактивом, моль/л; $V(\text{KI})$ – объем иодида калия, взятый на приготовление реакционной смеси согласно номеру варианта по таблице 13, мл; $V_{\text{общ}}$ – общий объем реакционной смеси согласно номеру варианта по табл. 1, мл.

Константа скорости реакции k рассчитывается по формуле:

$$k = \frac{1}{\tau C_0(\text{KI})} \ln \frac{C_0(\text{KI}) - 0,5C_{\text{реакция}}(\text{KI})}{C_{\tau}(\text{KI})}.$$

Среднее значение константы скорости реакции:

$$\bar{k} = \frac{\sum k_i}{n},$$

где n – количество опытов, $n = 5$.

2. Рассчитать вероятную (для 95 %) ошибку определения средней константы скорости процесса:

$$\Delta k = t \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (k_i - \bar{k})^2}{n(n-1)}}.$$

3. Найти относительную погрешность:

$$\varepsilon = \frac{\Delta k}{\bar{k}} 100\%.$$

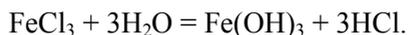
Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

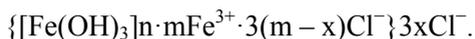
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6. ИЗУЧЕНИЕ КОАГУЛЯЦИИ ГИДРОЗОЛЯ ЖЕЛЕЗА

Цель работы: синтез гидрозоля гидроксида железа конденсационным методом, определение порога электролитной коагуляции золя и изучение зависимости его от заряда коагулирующего иона.

Сущность работы: гидрозоль гидроксида железа синтезируют методом конденсации, путем проведения реакции гидролиза хлорида железа при 100 °С:



Агрегативная устойчивость золя гидроксида железа обеспечивается наличием на поверхности дисперсных частиц двойных электрических слоев. Формулу мицеллы ионостабилизированного золя гидроксида железа можно записать следующим образом:



В процессе коагуляции высокодисперсного золя гидроксида железа образуются сравнительно небольшие по размерам седиментационно устойчивые агрегаты, поэтому исследования коагуляции частиц $[\text{Fe}(\text{OH})_3]_n$ удобнее проводить с помощью турбидиметрического метода. Применимость этого метода основывается на сильной зависимости интенсивности ослабления светового потока от размеров частиц. При коагуляции частиц ослабление света увеличивается, следовательно, растет кажущаяся оптическая плотность.

Оборудование и реактивы. Фотоэлектроколориметр; кюветы стеклянные толщиной 1 см – 2 шт.; салфетки; электрическая плитка или колбонагреватель; круглая колба объемом 250 мл – 1 шт.; колба коническая объемом 100 мл – 10 шт.; градуированная пипетка объемом 10 мл – 1 шт.; градуированная пипетка объемом 5 мл – 2 шт.; мерная пипетка объемом 10 мл – 1 шт.; хлорид железа (III) – раствор, концентрацией 2 %; сульфат натрия – раствор, концентрацией 0,0125 М; ацетат натрия – раствор концентрацией 0,5М.

Выполнение работы

1. В колбу с 250 мл кипящей воды мерной пипеткой прилить 10 мл раствора хлорида железа. Образовавшийся золь, красно-коричневого цвета, охладить до комнатной температуры.

2. В 10 пронумерованных колб емкостью 100 мл налить по 10 мл золя, дистиллированную воду и раствор электролита (Na_2SO_4 или CH_3COONa) в следующих объемах:

Таблица 15

Приготовление рабочих растворов										
№	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Объем воды, мл	10,0	9,0	8,5	8,0	7,5	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0
Объем электролита, мл (Na_2SO_4 или CH_3COONa)	0	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0

3. Выдержать пробы 2-4 минуты.

4. Измерить оптическую плотность золя каждой колбы с помощью фотокалориметра. Раствор сравнения – дистиллированная вода.

Измерение оптической плотности.

4.1. Измерять оптическую плотность следует при длине волны 365 нм.

4.2. В кювету толщиной 1 см налить до метки раствор сравнения, перед этим ополоснув кювету раствором 2 раза, и насухо протереть стенки кюветы салфеткой.

4.3. Кювету с раствором сравнения поместить в дальнее отделение кюветодержателя.

4.4. В другую кювету толщиной 1 см налить до метки измеряемый раствор, ополоснув кювету им 2-3 раза, и насухо протереть стенки кюветы салфеткой.

4.5. Кювету с окрашенным раствором поместить в ближнее отделение кюветодержателя.

При ополаскивании и заполнении кювет растворами крышка прибора должна быть закрыта и открывается только для установки кювет с растворами в кюветодержатель.

4.6. Для установки длины волны нажать на кнопку «уст. λ », ввести значение длины волны 365 и нажать «Ввод». Прибор осуществит переход на длину волны 365 нм.

4.7. Передвинуть каретку кюветодержателя таким образом, чтобы напротив источника света был установлен раствор сравнения

и нажать кнопку «0А/100%Т», после чего на экране прибора будет значение 0.

4.8. Передвинуть каретку, чтобы напротив источника света была установлена измеряемая проба и записать значения оптической плотности с экрана прибора в таблицу 16 протокола лабораторной работы.

4.9. Вернуть каретку на раствор сравнения, вытащить кювету с измеряемой пробой и залить следующий раствор и повторить п. 4.4-4.9 для всех 10 проб.

Перед каждым измерением проверять, чтобы на положении раствора сравнения оптическая плотность была 0, иначе повторно нажать кнопку «0А/100%Т».

Содержание протокола лабораторной работы

1. Наименование электролита и его химическая формула.
2. Концентрация раствора электролита.
3. Зависимость кажущейся оптической плотности золя гидроксида железа от объема добавленного электролита (таблица 16).

Таблица 16

Результаты эксперимента

№ колбы	Объем электролита $V_{эл}$, мл	Объем воды $V(H_2O)$, мл	Оптическая плотность золя, D
1	0	10	
2	1,0	9,0	
3	1,5	8,5	
4	2,0	8,0	
5	2,5	7,5	
6	3,0	7,0	
7	3,5	6,5	
8	4,0	6,0	
9	4,5	5,5	
10	5,0	5,0	

Обработка результатов эксперимента

1. Построить график зависимости $D = f(V_{эл})$ для Na_2SO_4 или CH_3COONa .
2. По графику (рисунок 6) найти пороговые объемы электролита $V_{эл}$, вызывающие быструю коагуляцию золя.

3. Рассчитать значение $C_{кр}$, называемую порогом коагуляции

$$C_{кр} = \frac{C_{ЭЛ} V_{ЭЛ}}{V_{\Sigma}},$$

где $C_{ЭЛ}$ – концентрация раствора электролита, применяемого для коагуляции, $V_{ЭЛ}$ – наименьший объем раствора электролита, V_{Σ} – суммарный объем коллоидного раствора с электролитом.

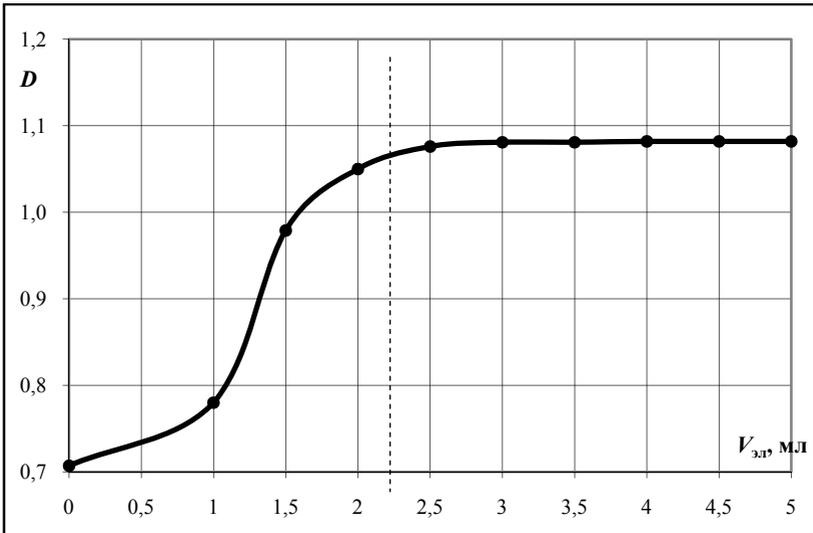


Рис. 6. Обработка графической зависимости $D = f(V_{эл})$

4. Сравнить найденные значения $C_{кр}$ для Na_2SO_4 и CH_3COONa и проверить их соответствие правилу Шульце – Гарди.

$$C_{кр}^I : C_{кр}^{II} = 1 : \frac{1}{2^6} = 1 : \frac{1}{64}.$$

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.

4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Бажин Н.М.* Начала физической химии: Учебное пособие / Н.М. Бажин, В.Н. Пармон. — М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. — 332 с.
2. *Борщевский А.Я.* Физическая химия. Том 1. Общая и химическая термодинамика: учебник / А.Я. Борщевский. — М.: ИНФРА-М, 2017. — 606 с.
3. *Борщевский А.Я.* Физическая химия. Том 2. Статистическая термодинамика: учебник / А.Я. Борщевский. — М.: Инфра-М, 2017. — 383 с.
4. *Денисов Е.Т.* Химическая кинетика. Учебник для вузов / Е.Т. Денисов, О.М. Саркисов, Г.И. Лихтенштейн. — М.: Химия, 2000. — 568 с.
5. *Зарубин Д.П.* Физическая химия: учеб. пособие / Д.П. Зарубин. — М.: ИНФРА-М, 2017. — 474 с.
6. *Ипполитов Е.Г.* Физическая химия / Е.Г. Ипполитов, А.В. Артемов, В.В. Батраков — М.: Издательский центр «Академия», 2013. — 288 с.
7. *Краснов К.С.* Физическая химия. Книга 2. Электрохимия. Химическая кинетика и катализ. Учеб. для вузов / К.С.Краснов, Н.К. Воробьев, И.Н. Годнев и др.; Под ред. К.С. Краснова - 2-е изд., перераб. и доп. — Москва, Высшая школа, 1995. — 319 с
8. Краткий справочник физико-химических величин. Издание 10 / Под ред. Равделя А.А., Пономаревой А.М. — СПб: «Иван Федоров», 2003. — 240 с.
9. *Степановских Е. И.* Физическая химия: теория и практика выполнения расчетных работ: в 2 ч. ч. 1 Экстенсивные свойства гомогенных систем: Учебное пособие / Степановских Е.И., Виноградова Т.В., Брусницына Л.А., — 2-е изд., стер. — М.: Флинта, 2017. — 135 с.
10. *Стромберг А.Г.* Физическая химия. Учебное пособие / А.Г. Стромберг, Д.П. Семченко. — 4-е изд., испр. — М.: Высшая школа, 2001. — 528 с

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Обработка результатов физико-химических измерений	5
Погрешность измерений.....	5
Выражение результатов измерений и расчетов.....	6
Лабораторная работа № 1. Определение интегральной теплоты растворения соли и теплоты гидратообразования.....	11
Лабораторная работа № 2. Определение энтальпии диссоциации слабого электролита.....	16
Лабораторная работа № 3. Определение степени диссоциации слабого электролита кондуктометрическим способом.....	20
Лабораторная работа № 4. Определение константы нестойкости тиоцианата (роданида) железа фотометрическим методом	26
Лабораторная работа № 5. Определение константы скорости реакции окисления иодида калия персульфатом аммония.....	30
Лабораторная работа №6. Изучение коагуляции гидрозоля железа.	35
Библиографический список.....	40

ХИМИЯ. ЧАСТЬ 2

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 21.03.01*

Сост.: *И.В. Берлинский, Д.С. Луцкий, М.А. Пономарева*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой
физической химии

Ответственный за выпуск *И.В. Берлинский*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 22.01.2020. Формат 60×84/16.

Усл. печ. л. 2,4. Усл.кр.-отт. 2,4. Уч.-изд.л. 2,1. Тираж 100 экз. Заказ 22. С 7.

Санкт-Петербургский горный университет

РИЦ Санкт-Петербургского горного университета

Адрес университета и РИЦ: 199106 Санкт-Петербург, 21-я линия, 2