

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«МУРМАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

АПАТИТСКИЙ ФИЛИАЛ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

По дисциплине: Б1.О.03.01.03 Аналитическая химия  
указывается цикл (раздел) ОП, к которому относится дисциплина, название дисциплины

для направления подготовки (специальности) 04.03.01 Химия  
код и наименование направления подготовки (специальности)

Неорганическая химия и химия координационных соединений  
наименование профиля /специализаций/образовательной программы

Квалификация выпускника, уровень подготовки бакалавр  
(указывается квалификация (степень) выпускника в соответствии с ФГОС ВО)

Кафедра - разработчик: химии и строительного материаловедения  
название кафедры - разработчика рабочей программы

Разработчик(и) С.В. Дрогобужская, доцент, к.х.н.  
(ФИО, должность, ученая степень, (звание)

Апатиты  
2019

## Пояснительная записка

1. **Методические указания** составлены на основе ФГОС ВО по направлению подготовки 04.03.01 Химия, утвержденного приказом Минобрнауки РФ от 17 июля 2017 года, № 671, учебного плана в составе ОП по направлению подготовки 04.03.01 Химия, профилю «Неорганическая химия и химия координационных соединений».

### 2. Цели и задачи учебной дисциплины (модуля).

**Целью дисциплины** (модуля) «Аналитическая химия» является подготовка обучающегося в соответствии с квалификационной характеристикой бакалавра и рабочим учебным планом направления 04.03.01 Химия, что предполагает освоение обучающимися теоретических основ физико-химических методов анализа; изучение основных закономерностей этапов анализа исследуемого вещества; практическое ознакомление с методами количественного анализа, включая правила отбора проб образцов, вскрытие образцов методами сплавления, кислотного разложения или с привлечением физических методов и конечное определение с помощью физико-химических методов анализа; закрепление основных закономерностей анализа сложных объектов на примере изучения реальных объектов.

**Задачи дисциплины** (модуля): ознакомление студентов с физико-химическими методами количественного химического анализа (КХА): хроматографическими, электрохимическими, спектральными, рентгеновскими, ядерно-физическими методами, использованием ЭВМ для автоматизации анализа. Усвоение данной дисциплины позволяет химику ориентироваться в методах пробоотбора, пробоприготовления и конечного определения тех или иных реальных объектов - руд черных, цветных, редких металлов, пород, в том числе силикатных, карбонатных, фосфатных и других, полупроводниковых материалов, веществ высокой чистоты, органических остатков растений и животных, почв, вод, воздуха и газов, органических веществ и лекарственных препаратов, токсичных веществ и других.

### 3. Планируемые результаты обучения по дисциплине «Аналитическая химия»

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование элементов следующих компетенций в соответствии с ФГОС ВО по направлению подготовки 04.03.01 Химия профиль «Неорганическая химия и химия комплексных соединений»:

ОПК-1 – Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений;

ОПК-2 – Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием.

Результаты формирования компетенций и планируемые результаты обучения представлены в таблице 1.

**Таблица 1 – Планируемые результаты обучения**

Код и содержание компетенции	Степень реализации компетенции	Этапы формирования компетенции; Индикаторы сформированности компетенций <sup>1</sup> в реализуемой части
ОПК-1 – Способен анализировать и интерпретиро-	Компетенция реализуется частично в части «Способен анализиро-	<b>Знать:</b> – основы физико-химического анализа, – типы реакций и процессов в аналитической химии,

<sup>1</sup> Для ФГОС ВО 3++

<p>вать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений</p>	<p>вать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений», связанных с инструментальным анализом веществ</p>	<p>их основные закономерности;</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– основные инструментальные методы анализа (хроматографические, электрохимические, спектральные, ядерно-физические)</li> </ul> <p><b>Уметь:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– владеть методологией выбора оптимального метода анализа конкретного объекта и методикой его проведения;</li> <li>– использовать современные инструментальные методы исследования и аналитическую технику;</li> <li>– проводить анализ возможных погрешностей и избегать недочетов при проведении анализа;</li> <li>– анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений.</li> </ul> <p><b>Владеть:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– проведением эксперимента инструментальных видов анализа;</li> <li>– обработкой и представлением полученных результатов в виде отчетов;</li> <li>– эксплуатировать современную аппаратуру инструментального анализа и оборудование для выполнения лабораторных работ, связанных с физико-химическим анализом веществ;</li> <li>– проведением с соблюдением норм техники безопасности физико-химического эксперимента, включая инструментальный анализ, изучение свойств веществ, использование современных средств измерений.</li> </ul> <p><b>Индикаторы сформированности компетенций в реализуемой части:</b></p> <p>ОПК-1.1. «Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений», в части, связанной с инструментальным анализом;</p> <p>ОПК-1.2. «Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов», связанных с инструментальным анализом;</p> <p>ОПК-1.3. «Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных работ», связанных с физико-химическим анализом.</p>
<p>ОПК-2 – Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием</p>	<p>Компетенция реализуется частично в части «Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием»</p>	<p><b>Знать:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– метрологические основы инструментального анализа,</li> <li>– основные методы инструментального анализа (хроматографические, электрохимические, спектральные, ядерно-физические).</li> </ul> <p><b>Уметь:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– владеть методологией выбора оптимального метода анализа конкретного объекта и методикой его проведения;</li> <li>– использовать современные инструментальные аналитические методы исследования и аналитическую технику;</li> <li>– проводить анализ возможных погрешностей и избегать недочетов и промахов при проведении инстру-</li> </ul>

		<p>ментального анализа.</p> <p><b>Владеть:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– проведением эксперимента инструментального анализа с соблюдением норм техники безопасности, включая анализ, изучение свойств веществ, исследование химических реакций с их участием;</li> <li>– обработкой полученных результатов;</li> <li>– эксплуатировать современную аппаратуру и оборудование для выполнения физико-химических анализов.</li> </ul> <p><b>Индикаторы сформированности компетенций в реализуемой части:</b></p> <p><b>ОПК-2.1.</b> Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.</p> <p><b>ОПК-2.2.</b> Проводит синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик.</p> <p><b>ОПК-2.3.</b> Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе.</p> <p><b>ОПК-2.4.</b> «Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования» методами физико-химического анализа.</p>
--	--	--

**Таблица 2 - Перечень лабораторных работ**

№ п/п	Наименование и содержание лабораторных занятий (ЛР)	Номер темы по табл. 4 РП	Кол-во часов
1	2	3	4
<b>5 семестр</b>			
ЛР1	<u>Ионообменная хроматография.</u> Разделение ионов меди и цинка на катионите с конечным определением титриметрическим методом.	2, 2.4	6
ЛР2	<u>Хроматография.</u> Определение параметров хроматографической колонки (ПДОЕ и ДОЕ).	2, 2.4	6
ЛР3-5	<u>Хроматография в тонком слое.</u> Разделение и качественное определение органических и неорганических веществ методом осадочной и ТСХ хроматографии.	2, 2.3	3
ЛР6	<u>Газовая хроматография.</u> Определение легких газов в металлических порошках.	2, 2.2	3
ЛР7	<u>Потенциометрия.</u> Определение pH раствора с помощью стеклянного электрода. Определение концентрации сильной и слабой кислоты в растворе с помощью потенциметрическое титрования.	3, 3.2	3
ЛР8	<u>Потенциметрическое осадительное титрование.</u> Определение концентрации хлорид-иона в морской воде.	3, 3.2	3
ЛР9	<u>Прямая потенциометрия.</u> Определение параметров фторид-селективного электрода. Определение массовой концентрации водорастворимого фторид-иона в технологических продуктах.	3, 3.2	6
ЛР10	<u>Вольтамперометрия.</u> Полярографическое определение меди, кобальта и кадмия в растворе.	3, 3.3	6
<b>Всего:</b>			<b>36</b>

№ п/п	Наименование и содержание лабораторных занятий (ЛР)	Номер темы по табл. 4 РП	Кол-во часов
1	2	3	4
<b>6 семестр</b>			
1	2	3	4
ЛР1	<u>Спектрофотометрия.</u> Определение спектров окрашенных соединений и реагента.	4, 4.5.1	2
ЛР2	<u>Спектрофотометрия.</u> Изучение строения роданидных комплексов кобальта. Определение констант нестойкости комплекса.	4, 4.5.1	2
ЛР3	<u>Спектрофотометрия.</u> Построение градуировочного графика. Определение содержания железа.	4, 4.5.1	2
ЛР4	<u>Спектрофотометрия.</u> Экстракционно-фотометрический метод. Определение концентрации меди в растворе.	4, 4.5.1	6
ЛР5	<u>Кинетические методы.</u> Определение содержания молибдена.	4, 4.7	6
ЛР6	<u>Атомно-эмиссионная спектрометрия.</u> Фотографическая регистрация спектра. Определение металлических примесей в оксиде тантала и ниобия.	4, 4.8.1	6
ЛР7	<u>Атомно-абсорбционный анализ.</u> Определение металлов в полиметаллической руде пламенным атомно-абсорбционным методом.	4, 4.8.2	6
ЛР8	Радиометрические методы анализа	5	6
<b>Всего:</b>			<b>36</b>
<b>7 семестр</b>			
1	2	3	4
ЛР1	<u>Анализ силикатных пород.</u> Разложение силикатов методом сплавления. Определение кремния методом дифференциальной спектрофотометрии. Определение железа.	8, 9	6
ЛР2	<u>Анализ силикатных пород.</u> Кислотное разложение силикатов, определение кальция и магния.	8, 9	6
ЛР3	<u>Анализ вод.</u> Атомно-абсорбционное определение металлов в природных и сточных водах с предварительным сорбционным концентрированием.	9	6
ЛР4	<u>Анализ металлов и сплавов.</u> Определение легирующих компонентов в сталях.	9	6
ЛР5	<u>Курсовая работа.</u> Выполнение экспериментальной части - разложение анализируемого объекта.	8, 9	6
ЛР6	<u>Курсовая работа.</u> Выполнение экспериментальной части - определение элементов в анализируемом объекте.	8, 9	6
<b>Всего:</b>			<b>36</b>

## ПЕРЕЧЕНЬ РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

### *Основная литература:*

1. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа : учебник для вузов / под ред. Ю. А. Золотова. - Изд. 3-е, перераб. и доп. - М. : Высшая школа, 2004. - 503 с.
2. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения : учебник для вузов. Т. А. Большова; под ред. Ю. В. Золотова. - Изд. 2-е, перераб. и доп. - М. : Высшая школа, 2002. - 351 с.

3. Барбалат Ю.А. Основы аналитической химии : практическое руководство М. : Лаборатория знаний, 2017. - 465 с.  
<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785001015673.html?SSr=270134171a0929261b20518>

#### *Дополнительная литература:*

1. Москвин Л.Н. Родинков О.В. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии : учебное пособие. Долгопрудный : Интеллект, 2012. - 352 с.
2. Аналитическая химия. В 3-х т. Т. 1 Методы идентификации и определения веществ. Под ред. Москвина Л.Н. М: Издательский центр «Академия». 2008. 629 с.
3. Аналитическая химия. В 3-х т. Т. 2 Методы разделения веществ и гибридные методы анализа / Под ред. Москвина Л.Н. М: Издательский центр «Академия». 2008. 499 с.
4. Аналитическая химия. В 3-х т. Т. 3. Химический анализ / Под ред. Москвина Л.Н. 2010. М: Издательский центр «Академия». 556 с.
5. Васильев В. П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа, учебник для вузов. М.: Дрофа. 2006.
6. Ганеев А.А., Шолупов С.Е., Пупышев А.А. и др. Атомно-абсорбционный анализ: Учебное пособие. СПб.: Издательство «Лань», 2011. 304 с.
7. Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Задачи и вопросы по аналитической химии. Москва. Мир. 2001.

При выполнении лабораторных работ использовать Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ и литературу согласно списка.

### **5 семестр**

#### *Лабораторная работа №1*

#### **Ионообменная хроматография. Разделение ионов меди и цинка на катионите с конечным определением титриметрическим методом.**

Обучающимся предлагается овладеть навыками проведения эксперимента по ионообменному разделению ионов металлов с последующим определением методом титрования.

В основе ионообменной хроматографии лежит обратимый стехиометрический обмен ионов, содержащихся в хроматографируемом растворе, на подвижные ионы веществ, называемых *ионитами* или *ионообменниками*. Разделение смеси содержащихся в растворе ионов основано на неодинаковой способности их к обмену с ионами ионита, в данном случае, меди и цинка.

В качестве *элюента* (вымывающего вещества) в ионообменной хроматографии необходимо применять растворы электролитов – кислот, солей, оснований.

Цель работы: количественное разделение и определение концентрации меди и цинка после разделения на сильноосновном катионите с сульфатгруппами.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Хроматографическую колонку заполняют заранее подготовленным катионитом в Н-форме, затем раствор, содержащий ионы меди и цинка, вливают в колонку. Колонку с катионитом промывают водой до нейтральной реакции, затем вводят раствора оксалата аммония. Вследствие перехода иона меди в комплекс, весь содержащийся в катионите ион меди вымывается в фильтрат. Весь фильтрат собирают в мерную колбу, затем определяют медь методом комплексонометрического титрования. Оставшийся на катионите цинк удаляют промыванием раствором соляной кислоты, нейтрализуют и определяют тем же методом.

## *Лабораторная работа №2*

### **Хроматография. Определение параметров хроматографической колонки (ПДОЕ и ДОЕ).**

К числу важнейших свойств ионитов относится их обменная емкость. *Полная обменная емкость* данного ионита является постоянной величиной и определяется в первую очередь числом фиксированных ионов, т. е. ионов, определяющих заряд каркаса, так как их электрический заряд в каждый данный момент времени и на любом участке ионита должен компенсироваться зарядом противоионов. Поэтому в идеальных условиях полная обменная емкость определенного количества данного ионита, является величиной постоянной, не зависящей от состояния ионита и от природы противоиона. В реальных условиях она зависит от ряда факторов, в частности от pH раствора, что усложняет однозначное определение этого понятия. Поэтому при определении обменной емкости необходимо указывать условия, при которых она определена.

Обменная емкость, определяемая в статических условиях, может отличаться от величины, полученной в динамических условиях. Последняя характеризуется двумя показателями: *динамической обменной емкостью* до проскока (ДОЕ) и *полной динамической обменной емкостью* (ПДОЕ). ДОЕ представляет собой емкость ионита, определяемую по появлению данного иона в вытекающем из колонки растворе. ПДОЕ определяется по полному прекращению извлечения данного иона из раствора. Это различие можно пояснить графически. ДОЕ определяется площадью прямоугольника, основанием которого является объем раствора, вытекающего из колонки до наступления проскока, а высотой — исходная концентрация обменивающегося иона (в мг-экв/л). ПДОЕ выражается площадью над выходной хроматографической кривой. Любое определение емкости относится к данному количеству ионита, либо к его весу (весовая емкость), либо к его объему (объемная емкость).

*Цель работы:* определить обменную емкость ионообменной смолы (сильного катионита).

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Через колонку, заполненную 3 г катионита, пропускают раствор, содержащий ионы меди. Вытекающий из колонки раствор собирают в мерные колбы и определяют в них концентрацию (количество) меди методом заместительного иодометрического титрования. По данным опыта строят выходную хроматограмму, откладывая по оси абсцисс объем фильтрата в мл, а по оси ординат – концентрацию ионов меди в фильтратах, в мг-экв/л. Концентрацию меди рассчитывают, исходя из результатов титрования.

По разности количества меди в исходном растворе и фильтрате определяют количество ионов меди (в мг-экв), поглощенное ионитом из каждой порции исходного раствора. Для определения обменной емкости до проскока это количество ионов меди делят на взятую навеску катионита.

## *Лабораторная работа №3-5*

### **Хроматография в тонком слое. Разделение и качественное определение органических и неорганических веществ методом осадочной и ТСХ хроматографии.**

Смесь двух-трех катионов либо веществ может быть разделена при помощи одномерной хроматографии на бумаге или в тонком слое. Для разделения следует подобрать подходящую подвижную фазу, а для проявления - соответствующий проявитель. Для разделения катионов обычно применяют смеси органических растворителей и воды, для проявления - водные или спиртовые растворы неорганических и органических соединений, образующих окрашенные вещества с катионами. По цвету окраски каждого пятна, полученного после хроматографирования и проявления, устанавливают качественный состав катионов.

Полуколичественный анализ проводят, измеряя размер полученного пятна для каждого образца.

В ходе работ качественно определяют состав смеси методом круговой осадочной хроматографии, определяют концентрацию никеля тем же методом и проводят качественный анализ аминокислот на ТСХ пластинах методом жидкостно-жидкостной хроматографии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: 1. На диск из фильтровальной бумаги, предварительно пропитанный неподвижной фазой, наносят смесь ионов металлов, далее подвижную фазу и проявитель. 2. На полоске фильтровальной бумаги отмечают стартовую линию, затем наносят анализируемый образец и образцы сравнения, опускают в подвижную фазу и наблюдают подъем зоны образца. Измерив высоты, рассчитывают концентрацию никеля в образце. 3. На тонкослойную пластину, на стартовую линию наносят аминокислоты и смесь аминокислот. Затем помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой и наблюдают её подъем и образование зон.

### *Лабораторная работа №6*

#### **Газовая хроматография. Определение легких газов в металлических порошках**

Смесь газов, наносимая на сорбент, может быть разделена на водород, азот и кислород, и др., если выбранный сорбент обладает различным сорбционным сродством к этим компонентам. Таким избирательным сорбентом могут служить молекулярные сита. Газом-носителем в этом случае должен служить гелий. Результат анализа может быть зафиксирован детектором и записан на самописце.

*Цель работы.* Показать возможность разделения смеси низкокипящих газов методом газовой адсорбционной хроматографии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Пробу тантала сплавляют с никелем в углеграфитовой капсуле в потоке гелия путем пропускания электрического тока. Экстрагированные газы (азот, кислород, окись углерода) собирают в охлаждаемом концентраторе. Затем, нагревая концентратор, вносят их в хроматографическую колонку потоком гелия, где разделяют компоненты, и далее направляют в детектор по теплопроводности (катарометр). Сигнал с катарометра, пропорциональный содержанию анализируемого компонента, усиливают и измеряют регистрирующим прибором (КСП-4, вольтметр, интегратор). Расчет концентрации ведут относительным методом с помощью стандартных образцов.

### *Лабораторная работа №7*

#### **Потенциометрия. Определение рН раствора с помощью стеклянного электрода. Определение концентрации сильной и слабой кислоты в растворе с помощью потенциометрическое титрования**

Потенциометрия - метод анализа, основанный на измерениях электродных потенциалов (ЭП) и электродвижущих сил (Э.Д.С.) гальванических элементов различных типов. Измерения Э.Д.С. и ЭП позволяют определить активности либо концентрации растворенных веществ, либо общее содержание вещества в растворе. Для этой цели применяют два вида потенциометрических измерений:

1) прямую потенциометрию, основанную на определении активностей и концентраций отдельных веществ по измеренным значениям Э.Д.С. и ЭП;

2) потенциометрическое титрование, основанное на использовании измерений Э.Д.С. для нахождения точки эквивалентности в реакциях нейтрализации, осаждения, окисления - восстановления, комплексообразования.

Разработка рациональных аналитических методик опирается на знание диапазона рН, в котором протекает исследуемая реакция, а также знание констант равновесия реакций, значений стандартных Э.Д.С. и стандартных ЭП.

*Цель работы.* Определить концентрацию хлороводородной и борной кислот в растворе.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Определение основано на последовательном титровании кислот раствором гидроксида натрия. Борную кислоту нельзя оттитровать непосредственно вследствие малого значения константы диссоциации ( $pK_{\text{дисс}} = 9,24$ ). Однако в присутствии глицерина кислотные свойства борной кислоты усиливаются, и ее титрование в водном растворе становится возможным. Благодаря этому свойству борной кислоты удастся провести также дифференцированное титрование ее смеси с какой-либо сильной кислотой НС1. Сначала титруют смесь без добавления глицерина, при этом оттитровывается лишь одна сильная кислота. После этого добавляют в раствор глицерин и оттитровывают  $\text{H}_3\text{BO}_3$  как одноосновную кислоту. Рассчитывают концентрации кислот, предварительно получив кривые титрования.

### ***Лабораторная работа №8***

#### **Потенциометрическое осадительное титрование. Определение концентрации хлорид-иона в морской воде**

Потенциометрическое титрование, основанное на использовании измерений Э.Д.С. для нахождения точки эквивалентности, может быть применено в реакциях осаждения. Чаще всего используется аргентометрия.

Определение основано на последовательном титровании раствора морской воды азотнокислым раствором серебра. Точку конца титрования находят по изменению разности потенциалов в ходе построения кривой титрования.

*Цель работы.* Определить концентрацию хлорид-иона в морской воде.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Аликвотный объем морской воды помещают в стакан, разбавляют дистиллированной водой и далее порциями добавляют титрант, не прерывая процесс после достижения точки конца титрования. Определив объем титранта, рассчитывают концентрацию хлорид-иона.

### ***Лабораторная работа №9***

#### **Прямая потенциометрия. Определение параметров фторид-селективного электрода. Определение массовой концентрации водорастворимого фторид-иона в технологических продуктах**

Фторид- селективный электрод представляет собой твердофазный электрод, предназначенный для определения фторид-ионов в водных растворах и в растворах некоторых органических растворителей. Используется в сочетании с соответствующим электродом сравнения. Эту электродную пару можно также применять для определения конечной точки титрования некоторых частиц, образующих комплексы с фторид-ионами. Электроактивным материалом электрода является монокристалл фторида лантана. При контактировании мембраны с раствором, содержащим фторид-ионы, на разделе мембрана-раствор возникает разность потенциалов, величина которой зависит от содержания фторид-ионов в растворе. При измерении э. д. с. цепи в качестве второго полуэлемента используется электрод сравнения. Фторид-селективный электрод пригоден для прямого определения фторид-ионов, если рН анализируемого раствора близок к нейтральному и если в растворе практически отсутствуют частицы, связывающие фторид-ионы в комплексы.

*Цель работы.* Определить ПрО фторид- селективного электрода. Определение водорастворимого фторид-иона. Контроль содержания фторид-ионов может быть успешно

решен с использованием фторид-селективного электрода. В настоящее время он является наиболее совершенным электродом с уникальной селективностью. Определение основано на измерении концентрации ионов фтора на фоне цитратного буферного раствора с  $\text{pH} = 6,0 \pm 0,5$ .

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: чтобы определить предел обнаружения фторид-селективного электрода, необходимо получить значения Э.Д.С. для шести растворов в диапазоне концентраций  $10^{-1}$ - $10^{-6}$  моль/л, по этим данным построить градуировочную характеристику (ГХ) и определить  $\text{PrO}$ , далее измерить разность потенциалов для раствора с неизвестной концентрацией и рассчитать концентрацию с помощью ГХ.

### ***Лабораторная работа №10***

#### **Вольтамперометрия. Полярографическое определение меди, кобальта и кадмия в растворе**

Метод вольтамперометрии позволяет проводить качественный и количественный анализ ионов металлов в растворе. Для качественного анализа снимают полярограмму и определяют на ней значение потенциалов полуволн. Затем, воспользовавшись таблицами или полярографическим спектром, определяют, какому элементу при данном фоне может соответствовать данный потенциал. Необходимо помнить, что ионы многовалентных элементов могут давать на полярограмме не одну, а несколько волн. Кроме того, если потенциалы восстановления близки между собой, то волны на полярограммах сливаются. Поэтому, для качественного и количественного анализа необходимы элементы с потенциалом, близким к потенциалу восстановления определяемого элемента, из раствора удалить или изменить потенциал восстановления одного из них связыванием в комплекс.

Для получения количественных результатов в полярографии пользуются, в основном, методом градуировочного графика, методом одного стандарта и методом добавок.

*Цель работы.* Определить качественный состав смеси катионов металлов и определить концентрацию катионов кобальта и кадмия в растворе.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: получив катодную полуволну при разверстке потенциала от  $+0,1$  до  $-1,25$  В с шагом в  $0,05$  В, определяют потенциалы полуволны, сравнивают значения с полярографическим спектром, учитывая применяемый фоновый раствор и определяют качественно ионы металла, содержащиеся в растворе.

При количественном анализе, получив катодную полуволну при разверстке потенциала от  $+0,1$  до  $-1,25$  В, определить значение  $I_d$  для каждого металла для стандартного раствора и исследуемого и рассчитать концентрацию.

### ***6 семестр***

#### ***Лабораторная работа №1***

#### **Спектрофотометрия. Определение спектров окрашенных соединений и реагента.**

Все окрашенные соединения характеризуются избирательным поглощением света. Молярный коэффициент погашения окрашенного вещества и оптическая плотность раствора различны для разных волн света, проходящего через окрашенный раствор. Для полной характеристики окрашенных растворов различных соединений пользуются их спектрами поглощения (кривыми светопоглощения).

У окрашенных веществ максимум поглощения света в большинстве случаев находится в видимой области спектра, однако он может быть и в ультрафиолетовой части спектра. Кривые с определенными максимумами поглощения характерны для большинства окрашенных веществ. Максимум поглощения света в определенной спектральной области - важная оптическая характеристика вещества, а весь спектр поглощения ха-

рактирует его качественную индивидуальность.

*Цель работы.* Получить основную характеристику окрашенного соединения- спектр и рассчитать величину молярного коэффициента погашения.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Для получения спектра поглощения проводят серию измерений оптической плотности раствора или молярного коэффициента погашения при различных длинах волн в интересующей области спектра, измерения проводят через 10-20 нм, а найдя границы максимума, промеряют эту область через 1-2 нм. По полученным данным строят кривую в координатах  $A = f(\lambda)$  или  $\varepsilon = f(\lambda)$ .

### **Лабораторная работа №2**

#### **Спектрофотометрия. Изучение строения роданидных комплексов кобальта. Определение констант нестойкости комплекса**

В фотометрическом анализе количество вещества определяется по интенсивности окраски или светопоглощению окрашенных соединений. Окрашенные соединения в большинстве случаев являются комплексными или внутрикомплексными (хелатными) соединениями. Интенсивность окраски растворов этих соединений зависит от их свойств и от состава среды. Постоянный состав окрашенного соединения обуславливает постоянство интенсивности окраски раствора и является одним из основных факторов, влияющих на точность фотометрического определения.

Определяемый ион  $M$ , образуя окрашенное соединение  $MR_n$ , может быть связан в различном числе ионов (или молекул) реактива  $R$ ; поэтому в растворе находятся в равновесии различные по составу комплексные ионы ( $MR$ ,  $MR_2$ ,  $MR_3$ ,...), имеющие одинаковую окраску разной интенсивности. Для того, чтобы избежать ошибок из-за непостоянства интенсивности окраски анализируемых растворов, необходимо выбирать такие реагенты, с которыми определяемый ион давал бы прочный комплекс, состоящий из одного комплексного иона. Количественно устойчивость комплекса  $MR_n$  может быть выражена константой нестойкости:  $K = [M][R]^n / [MR_n]$  или константой устойчивости  $k = 1/K = [MR_n] / [M][R]^n$ .

*Цель работы:* Определить состав комплексного соединения кобальта с роданид-ионом в ацетоне и рассчитать константы нестойкости.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Смешивают растворы нитрата кобальта и роданида калия в ацетоне и измеряют оптическую плотность полученных растворов. Из отношения объемов рассчитывают отношение  $Co:SCN$  в растворе для каждой смеси и составляют таблицу. Из таблицы для данной длины волны находят наибольшее значение показания оптической плотности, соответствующее наиболее устойчивому комплексу при данном соотношении кобальта к роданиду, и определяют формулу комплекса. Строят график  $A=f(C)$  для каждой длины волны, затем проводят касательные и по формуле  $d = (A_0 - A_1) / A_0$  находят степень диссоциации комплекса. По формуле  $K_{нест} = d^2 C / (1 - d)$ , где  $C$  - общая концентрация, находят константу нестойкости.

### **Лабораторная работа №3**

#### **Спектрофотометрия. Построение градуировочного графика. Определение содержания железа**

Количественный анализ одного вещества при соблюдении закона Бугера-Ламберта-Бера может быть осуществлен при помощи ряда достаточно простых и стандартных приемов.

Сульфосалицилатные комплексы железа используют для дифференцированного определения железа(III) и железа(II) при их совместном присутствии. Железо(III) определя-

ют в кислой среде в виде моносulfосалицилатного комплекса, а в щелочной среде в виде трисульфосалицилата определяют суммарное содержание железа(III) и железа(II).

Трисульфосалицилатный комплекс железа(III) достаточно устойчив и позволяет проводить определение железа в присутствии ацетат-, борат-, фосфат- и фторид- ионов.

*Цель работы:* Определение концентрации железа в растворе по поглощению его комплекса с сульфосалициловой кислотой.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Для определения концентрации железа используют метод градуировочной характеристики (ГХ). Для приготовления градуировочных растворов отбирают 1, 2, 3, 4 и 5 мл основного стандартного раствора соли железа, увеличивая содержание железа в каждом растворе на 0,06 мг, добавляют раствор сульфосалициловой кислоты, раствора аммиака, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность приготовленных стандартных растворов измеряют при 416 нм относительно раствора холостой пробы, содержащей все реагенты, кроме железа. По полученным данным строят линейную ГХ и рассчитывают её параметры. Определяют оптическую плотность исследуемой пробы, выполнив те же действия, что и при построении ГХ. Концентрацию железа определяют по ГХ и расчетным путем.

#### ***Лабораторная работа №4***

### **Спектрофотометрия. Экстракционно-фотометрический метод. Определение концентрации меди в растворе**

Определение основано на измерении светопоглощения хлороформного раствора комплекса ионов меди (II) с диэтилдитиокарбаминатом (ДДК). Молярный коэффициент поглощения  $\varepsilon = 13000$  при  $\lambda = 436$  нм. Полное извлечение меди происходит в интервале pH 1-8. Селективность извлечения достигается при использовании в качестве экстрагента хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината свинца, комплекс которого менее устойчив, чем комплекс меди с ДДК.

Определению меди по этой методике не мешает большинство катионов металлов. Мешают висмут, ртуть, серебро, металлы платиновой группы, большие содержания никеля (больше 10 г/л) и кобальта (больше 20 г/л).

*Цель работы:* Определить содержание меди в растворе экстракционно- фотометрическим методом.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы, содержащие от 5, 10, 15, 20, 30 и 40 мкг меди, вводят экстрагент и проводят экстракцию в 4 этапа, далее также поступают с исследуемым раствором. По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график, при помощи которого и определяют неизвестное содержание меди в исследуемом растворе.

#### ***Лабораторная работа №5***

### **Кинетические методы. Определение содержания молибдена**

Метод основан на каталитическом ускорении реакции окисления иодид-иона пероксидом водорода в присутствии микроколичеств молибдена (VI). Реакция  $\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+ = \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$  в отсутствие катализатора протекает медленно. В присутствии ионов молибдена (VI) зависимость скорости реакции от концентрации реагирующих веществ выражается уравнением:

$$dx/dt = k C_{\text{H}_2\text{O}_2} C_{\text{Mo}}(C_{\text{I}^-} - x),$$

где  $x$  - концентрация выделившегося иода,  $C_{\text{I}^-}$  - начальная концентрация иодид-иона,  $C_{\text{H}_2\text{O}_2}$  - начальная концентрация добавленного пероксида водорода,  $C_{\text{Mo}}$  - концентрация молибдена.

Скорость каталитической реакции регистрируют путем измерения светопоглощения раствора комплекса молекулярного иода с крахмалом. Реакция иода с крахмалом очень чувствительна, поэтому можно ограничиться ее начальным периодом и считать, что  $C_j - x \approx C_j$ . Скорость реакции пропорциональна концентрации молибдена.

*Цель работы.* Определить концентрацию молибдена в растворе кинетическим методом.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: Построить график в координатах  $dA/dt - C_{Mo}$ , приготовив поочередно градуировочные растворы. Для этого сначала измеряют светопоглощение во времени для нескольких концентраций молибдена и определяют тангенс угла наклона  $dA/dt$ .

### **Лабораторная работа №6**

#### **Атомно-эмиссионная спектрометрия. Фотографическая регистрация спектра. Определение металлических примесей в оксиде тантала и ниобия**

Количественный эмиссионный спектральный анализ основан на зависимости, существующей между интенсивностью спектральных линий определяемого элемента и его концентрацией.

Связь между интенсивностью спектральной линии и концентрацией элемента в исследуемой пробе выражается эмпирической формулой Ломакина-Шайбе:  $I_A = aC^b$ .

Для измерения относительной интенсивности линий аналитической пары спектр исследуемой пробы фотографируют на пластинку. На пластинке получается ряд линий, степень почернения которых пропорциональна интенсивности их излучения. Количественно почернение фотопластинки принято измерять величиной плотности почернения ( $S$ ), которую вычисляют по уравнению:  $S = \lg(I_0/I)$ . Плотность почернения можно измерить на микрофотометре. Для определения интенсивности спектральной линии необходимо знать зависимость между почернением  $S$  фотопластинки и интенсивностью  $I$  излучения, вызвавшего это почернение. Зависимость между  $S$  и  $\lg I$  выражают кривой, которую называют кривой почернения или характеристической кривой фотопластинки. На прямолинейном участке этой кривой зависимость  $S$  от  $\lg I$  выражается уравнением:  $S = \gamma \lg I - j$ , где  $\gamma$  и  $j$  - постоянные величины, которые зависят от сорта фотопластинки и условий обработки фотоземлюльсий. Рассчитать теоретически зависимость между интенсивностью спектральной линии и концентрацией элемента в пробе практически невозможно, так как существует очень большое число факторов, не поддающихся учету. Поэтому на практике используется относительный метод: построение градуировочной кривой по заранее проанализированным стандартным образцам и определение неизвестной концентрации по градуировочному графику.

*Цель работы.* Определить содержание примесей элементов (по указанию преподавателя) в тантале металлическом или оксиде тантала.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Метод дуговой атомно-эмиссионной спектрометрии с фотографической регистрацией спектра позволяет определять элементы Fe, Cr, Ni, Mn, Mo, Co, Zr, V, Cu, Al, Sn, Pb в диапазоне концентраций:  $5 \cdot 10^{-4}$  -  $1 \cdot 10^{-1}$ , Ti, Si -  $1 \cdot 10^{-3}$  -  $1 \cdot 10^{-1}$ , Nb, Ca -  $1 \cdot 10^{-3}$  -  $1 \cdot 10^{-1}$ . Определение содержания примесей проводят в оксиде тантала. При работе с танталом металлическом его необходимо предварительно окислить до оксида в муфельной печи при постепенном подъеме температуры от  $200^\circ\text{C}$  до  $800^\circ\text{C}$ .

Далее снимают спектры градуировочных образцов с точно известным химическим составом и спектр исследуемой пробы оксида тантала рядом со спектром железа. Для определения длины волны используют проектор или микроскоп, сверяя линии на фотопластинке с линиями атласа спектральных линий. Сначала определяют плотность почернения  $S$  линии, затем определяют плотность почернения фона рядом с линией и находят их разность  $\Delta S = S_i - S_{if}$ . Каждое определение повторяют 2 раза и берут среднее значение. Таким обра-

зом, получают средние значения  $\Delta S$  для трех градуировочных образцов и пробы. На миллиметровой бумаге наносят по оси ординат значения разности плотностей почернений линии элемента и фона в спектре каждого градуировочного образца № 1, № 2 и № 3 ( $\Delta S_1$ ,  $\Delta S_2$ ,  $\Delta S_3$ ). На оси абсцисс наносят значения логарифмов соответствующих концентраций элемента. При помощи этих данных получают график, который имеет вид прямой. Затем по этому графику определяют концентрацию элемента в пробе, откладывая найденные значения.

### ***Лабораторная работа №7***

#### **Атомно-абсорбционный анализ. Определение металлов в полиметаллической руде пламенным атомно-абсорбционным методом**

Полиметаллические руды содержат минералы различных металлов. Это сульфиды, оксиды, гидроксиды, карбонаты и др. меди, свинца, цинка, кадмия, ртути, мышьяка, висмута, сурьмы, олова и т.д. Хлористоводородная кислота разлагает многие сульфиды, оксиды, карбонаты указанных металлов. Азотная кислота и смесь азотной и хлористоводородной кислот разлагает практически все сульфидные минералы. Для удаления азотной кислоты, которая мешает определению многих ионов металлов, добавляют серную кислоту и упаривают раствор до паров серной кислоты. В результате такой обработки свинец выделяется из раствора в виде малорастворимого сульфата, который отделяют и далее растворяют в ацетате аммония.

Наиболее удобным и экспрессным методом для определения металлов в рудах является метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии. Он позволяет быстро и с минимальными затратами определить ряд элементов. Для расчета концентрации используется метод построения градуировочной характеристики.

*Цель работы.* Определить массовую долю меди, цинка, свинца в полиметаллической руде после кислотного разложения методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: Определение содержания металлов проводят с помощью градуировочного графика. Для этого измеряют абсорбцию растворов для построения градуировочной характеристики (3-5), строят градуировочную характеристику, определяют массовую концентрацию иона металла в растворе и рассчитывают массовую концентрацию металлов в пробе.

### ***Лабораторная работа №8***

#### **Радиометрические методы анализа**

#### **Ознакомление с определением концентрации природных изотопов калия, урана и тория**

Методы, основанные на радиоактивности, применяются в разных областях, в том числе и в геологии. Основным достоинством аналитических методов, основанных на измерении радиоактивного излучения, являются низкий порог обнаружения анализируемого элемента и широкая универсальность. Достоинством некоторых радиометрических методов является анализ без разрушения образца и быстрота анализа. Кроме того, метод изотопного разведения позволяет анализировать смеси близких по свойствам элементов. Радиометрические методы удобно использовать в полевых условиях.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: ознакомиться с различными приборами, применяемыми в радиационных методах -  $\gamma$ -спектрометром,  $\alpha$ ,  $\beta$ -радиометрами, счетчиками частиц и другой аппаратурой и техникой безопасности при проведении радиоактивных измерений, способы самоконтроля и контроля за состоянием одежды и обуви.

## 7 семестр

### Лабораторная работа №1

#### Анализ силикатных пород. Разложение силикатов методом сплавления. Определение кремния методом дифференциальной спектрофотометрии. Определение железа

Силикаты- солеобразные соединения кремниевых кислот. Основная структура силиката - кремнекислородный тетраэдр  $\text{SiO}_4^{2-}$ . Эти структурные единицы могут объединяться в полимерные цепочки, ленты, сетки. Основные компоненты катионной части силиката обычно представлены элементами: титан, алюминий, железо (II, III), марганец, кальций, магний, калий, натрий. В составе природных силикатов могут быть анионы:  $\text{OH}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  и др. В результате замещения катионов кристаллической решётки силикатов сопутствующими могут быть элементы: хром, ванадий, никель, кобальт, свинец, стронций, барий, цинк, медь, литий, цирконий, ниобий, тантал, молибден, вольфрам и др. Результаты анализа силикатов обычно представляют в виде массовой доли оксидов соответствующих элементов. Анализ силиката на основные компоненты предусматривает определение  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeO}$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ .

Анализ силиката заметно ускоряется при использовании физико-химических методов определения основных компонентов. Для разложения используют сплавление со смесью карбоната натрия и тетрабората натрия.

Для определения диоксида кремния используют дифференциальный фотометрический метод, который основан на измерении светопоглощения растворов восстановленной синей формы молибдокремниевой кислоты –  $\text{H}_4[\text{Si}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$ . Молярный коэффициент погашения составляет 20000 при  $\lambda = 815\text{-}820$  нм. Этот метод применим для определения содержания диоксида кремния от 0,2 до 100 %. При содержании менее 40% целесообразно использовать метод прямой фотометрии, а для образцов с содержанием более 40% -метод дифференциальной фотометрии.

При прямой фотометрии по результатам измерения методом одного эталона рассчитывают массовую долю диоксида кремния в образце. При дифференциальной фотометрии содержание диоксида кремния находят по формуле  $C_x = C_0 + F A_x$ , где F -фактор, рассчитанный по формуле:  $F = (C_{\text{ст}} - C_0) / A_{\text{ст}}$  ( $A_{\text{ст}}$  и  $A_x$  оптическая плотность стандартного и анализируемого раствора, измеренная относительно раствора сравнения;  $C_{\text{ст}}$  и  $C_x$  - процентное содержание  $\text{SiO}_2$  в стандартном образце силиката и анализируемом образце). Концентрацию диоксида кремния можно определять с помощью градуировочного графика, построенного по стандартным образцам силиката.

Определение железа в силикате основано на измерении светопоглощения раствора комплексного соединения ионов железа (II) с 2,2-дипиридилем вишнево-красного цвета, устойчивого в интервале pH 3,5-8. Окраска развивается в течение 30 мин и устойчива длительное время. Молярный коэффициент погашения равен 8000 при ( $\lambda = 520$  нм). Для восстановления ионов железа (II) применяют гидроксилламин или аскорбиновую кислоту. Мешающее действие ионов алюминия и титана предотвращают добавлением винной кислоты.

*Цель работы.* Определить массовую долю диоксида кремния и железа в силикатном образце методом фотометрии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Провести разложение образцов (стандартного и анализируемого) методом сплавления, выщелачивание раствором соляной кислоты и фотометрическое определение диоксида кремния и железа методом одного эталона.

## **Лабораторная работа №2**

### **Анализ силикатных пород. Кислотное разложение силикатов, определение кальция и магния**

Объемный комплексонометрический метод определения кальция и магния относится к ускоренным методам, применяемым главным образом в анализах производственного характера, когда не требуется особая точность.

CaO и MgO могут быть определены также из отдельной навески, после разложения ее  $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$  без предварительного отделения гидроокисей алюминия, железа и т. д. В общем ходе ускоренного силикатного анализа комплексонометрическому определению кальция и магния предшествует выделение кремниевой кислоты и осаждение аммиаком гидроокисей алюминия, железа и т. д. В этом случае кремнекислоту выделяют однократно по ускоренному варианту с применением желатины, а при отделении элементов группы полуторных окислов ограничиваются однократным осаждением гидроокисей.

Сущность метода состоит в том, что для определения кальция и магния отбирают две аликвотные части раствора. Одну из них титруют раствором Трилона Б в присутствии индикатора эриохром-черного Т, определяя этим общий расход раствора Трилона Б на титрование кальция и магния.

Кальций можно определить прямым методом: титрованием раствором Трилона Б в присутствии мурексида (из аликвотной части раствора) или физико-химическим методом, например, пламенной фотометрией. Тогда содержание магния определяют по разности.

Ускоренное определение кальция и магния в силикатных горных породах, без предварительного отделения элементов группы полуторных окислов, может быть осуществлено, если для маскировки Al, Fe, Ti и т. д. применить триэтаноламин  $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$ .

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

Произвести кислотное разложение силикатного образца. Два аликвотных объема используют для определения кальция и магния. Добавляют триэтаноламин для маскировки элементов группы полуторных окислов и титруют сумму Ca + Mg раствором Трилона Б до перехода окраски в эквивалентной точке из красной в синюю. С другой аликвотной частью поступают также. Находят среднее значение эквивалентного объема и рассчитывают массовую долю.

## **Лабораторная работа №3**

### **Анализ вод. Атомно-абсорбционное определение металлов в природных и сточных водах с предварительным сорбционным концентрированием**

Методика применима при определении элементного состава природных и сточных вод с целью установления их химических показателей. Определение элементов проводят методом атомно-абсорбционной спектроскопии из соляно-азотнокислых растворов. Метод атомно-абсорбционного анализа основан на измерении поглощения свободных атомов определяемых элементов после введения анализируемой пробы в пламя ацетилен-воздух. Предварительно производят сорбцию элементов на аминоарбоксильном волокне, а затем извлекают их из фазы сорбента. Сорбционное концентрирование проводят в динамическом режиме, используя для этих целей хроматографические колонки.

Мешающее влияние элементов при определении массовой концентрации металла в воде устраняется на стадии подготовки пробы. Сорбционное концентрирование позволяет производить «сбрасывание» мешающих матричных элементов и их содержание в концентрате не препятствует определению нормируемых элементов.

*Цель работы.* Определить содержание примесей элементов (по указанию преподавателя) в природной либо сточной воде.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: провести

пробоподготовку морской воды, проведя концентрирование ионов металлов на волокнистом сорбенте и их десорбцию.

#### ***Лабораторная работа №4***

##### **Анализ металлов и сплавов. Определение легирующих компонентов в сталях.**

Методика применима при определении элементного состава сталей с целью установления массовой доли легирующих добавок.

Наиболее удобным и экспрессным методом для определения металлов является метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии, однако для этой цели можно использовать и метод спектрофотометрии. И тот и другой позволяет быстро и с минимальными затратами определить ряд элементов. Для расчета концентрации используется метод построения градуировочной характеристики.

*Цель работы.* Определить массовую долю хрома в стали после кислотного разложения серной кислотой методом спектрофотометрии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: Определение содержания хрома проводят с помощью градуировочного графика. Для этого измеряют оптическую плотность растворов для построения градуировочной характеристики (3-5), строят градуировочную характеристику, определяют массовую концентрацию иона металла в растворе и рассчитывают массовую концентрацию в пробе.

Мешающее влияние элементов при определении массовой концентрации хрома устраняют на стадии подготовки пробы.

*Цель работы.* Определить содержание хрома (или другого элемента по указанию преподавателя) в стали. Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: провести разложение образца стали серной кислотой, построить ГГ и определить концентрацию хрома по ГГ, провести расчеты массовой доли элемента в образце.

#### ***Лабораторная работа №5***

##### **Курсовая работа. Выполнение экспериментальной части - разложение анализируемого объекта**

Курсовая работа проводится по разделу «Анализ реальных объектов». Студентом самостоятельно производится выбор методики анализа и способа разложения образца.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: произвести разложение двух параллельных образцов выбранным методом и выщелачивание.

#### ***Лабораторная работа №6***

##### **Курсовая работа. Выполнение экспериментальной части - определение элементов в анализируемом объекте**

Курсовая работа проводится по разделу «Анализ реальных объектов». После проведенного разложения студентом выполняется конечное определение элементов (указанных в теме курсовой работы) по выбранной им методике.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: произвести разбавление образцов согласно выбранной методике, построение градуировочной характеристики, изменение аналитического сигнала и расчет концентрации анализируемых образцов.