

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания

*по выполнению лабораторных
работ по дисциплине*

Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа

для студентов направления подготовки
18.03.01 Химическая технология
профиль Основной органический и нефтехимический синтез

Ставрополь
2026

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

Качественный анализ смеси нитро-ароматических соединений методом тонкослойной хроматографии

Метод тонкослойной хроматографии является экспрессным и не требует дорогостоящего оборудования для проведения эксперимента. Хроматографическое разделение обусловлено переносом компонентов, нанесённых на слой сорбента, подвижной фазой вдоль неподвижной фазы с различными скоростями в соответствии с коэффициентами распределения разделяемых компонентов.

Разделяемые компоненты образуют отдельные пятна, положение которых на хроматограмме характеризуют относительной скоростью перемещения R_f компонентов в тонком слое сорбента. Величина R_f определяется отношением расстояния X , пройденного веществом, к расстоянию L пройденному растворителем от линии старта до линии фронта, которую также называют линией финиша.

$$R_f = \frac{X}{L}$$

Величина R_f в соответствии с определением характеризуется значениями ≤ 1 . Данный параметр зависит от природы сорбента, толщины слоя, качества растворителей и их соотношения в элюенте, способа нанесения пробы, техники проведения эксперимента, температуры и природы разделяемого компонента. Тонкослойная хроматография характеризуется хорошей воспроизводимостью значений и составляет $\pm 0,05 R_f$. Известные соединения, которые используются для сравнения и установления состава смеси, называют эталонными или свидетелями. Разделение смеси двух веществ с параметрами удерживания R_{f1} и R_{f2} - возможно, если $\Delta R_f = R_{f1} - R_{f2} > 0,1$.

Выполнение работы:

1. На расстоянии 0,5 см от края хроматографической пластины и на небольшом расстоянии друг от друга поставить четыре пятна со свидетелями и одно пятно с задачей, полученной от преподавателя.
2. Налить 0,5 мл элюента в стакан, опустить хроматографическую пластину.
3. Проявить хроматограмму УФ-излучением
4. Записать R_f для пятен каждого свидетеля и веществ в смеси. По полученным данным установить состав смеси органических соединений.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

ВЭЖХ-ФЛД/ДМД определение антоцианов в биологически активных добавках

Настоящая методика распространяется на количественное определение массовой доли отдельных антоцианов (цианидин-3-глюкозид, дельфинидин-3-глюкозид, пеонидин-3-глюкозид, петунидин-3-глюкозид, мальвидин-3-глюкозид) в биологически активных добавках (БАД) растительного происхождения методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным и масс-спектрометрическим детектированием (ВЭЖХ-ФЛД/МД).

Диапазон измерений: 0,1-100 мг/кг

Метод основан на экстракции антоцианов из навески БАД подкисленным этанолом, очистке экстракта и последующем хроматографическом разделении на обращенно-фазовой колонке с детектированием методом флуориметрии и подтверждением идентификации масс-спектрометрическим детектором.

- Жидкостный хроматограф с градиентной системой, автосемплером, термостатом колонок

- Флуоресцентный детектор
- Масс-спектрометрический детектор с ионизацией электрораспылением (ESI)

- Аналитические весы (точность $\pm 0,0001$ г)
- Ультразвуковая баня
- Центрифуга лабораторная (до 10000 об/мин)
- Вортекс
- pH-метр
- Миллипоровская система очистки воды

Хроматографические условия

Колонка: обращенно-фазовая C18, 250 × 4,6 мм, размер частиц 5 мкм

Температура колонки: 30°C

Объем ввода пробы: 10 мкл

Скорость потока: 1,0 мл/мин

Время анализа: 25 мин

Подобрать условия элюирования.

Детектирование:

- ФЛД: λ возб = 520 нм, λ исп = 580 нм
- МСД: ESI (+), сканирование m/z 200-800

Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор (1 мг/мл): точную навеску стандартного образца антоциана (~10 мг) растворяют в 10 мл подкисленного этанола.

Рабочие стандартные растворы готовят последовательным разбавлением в диапазоне 0,1-50 мкг/мл.

Пробоподготовка

1. Навеску измельченного БАД (~1,0 г) помещают в коническую колбу, добавляют 10 мл подкисленного этанола, перемешивают на вортексе 1 мин.

2. Ультразвуковая обработка: 15 мин при 40°C.

3. Центрифугирование: 10 мин при 5000 об/мин.
4. Фильтрование: Супернатант фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм.
5. Разбавление: при необходимости разбавляют подвижной фазой.

Идентификация

Идентификацию проводят по:

- Времени удерживания ($\pm 2\%$)

Количественный расчет

Строят градуировочный график в координатах "площадь пика - концентрация". Расчет проводят по формуле:

$$C_{\text{пр}} = \frac{C_{\text{ст}} \cdot S_{\text{пр}} \cdot V \cdot D}{S_{\text{ст}} \cdot m}$$

где:

$C_{\text{пр}}$ - концентрация антоциана в пробе, мг/кг

$C_{\text{ст}}$ - концентрация антоциана в стандартном растворе, мкг/мл

$S_{\text{пр}}$ - площадь пика пробы

$S_{\text{ст}}$ - площадь пика стандарта

V - объем экстракции, мл

D - коэффициент разбавления

m - масса навески, г

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА

Контроль чистоты хроматографической системы

Контрольный холостой хроматограммы

Отсутствие мешающих пиков в области выхода антоцианов

Контроль правильности

Использование стандартных добавок

Внутрилабораторный контроль с применением контрольных проб

Контроль прецизионности

Относительное стандартное отклонение (RSD) для параллельных определений не должно превышать:

15% для концентраций 0,1-1 мг/кг

10% для концентраций >1 мг/кг

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

ГХ-МС определение полиароматических углеводов и полихлорированных бифенилов в водах

1. Освоить методику пробоподготовки водных проб для определения следовых количеств ПАУ и ПХБ.
2. Ознакомиться с принципами работы хромато-масс-спектрометрического комплекса.
3. Определить содержание приоритетных ПАУ и ПХБ в модельных водных растворах.
4. Оценить метрологические характеристики метода.

Аппаратура

- Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором
- Капиллярная колонка DB-5MS (30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм)
- Концентратор твердофазной экстракции (SPE)
- Установка для твердофазной экстракции
- Микрошприцы 10 мкл

Реактивы

- Стандартные растворы ПАУ и ПХБ (концентрация 100 мг/л)
- Внутренние стандарты: аценафтен-d10, хризен-d12
- Растворители: гексан, ацетон, дихлорметан (хч для ГХ)
- Сорбенты для ТФЭ: C18, диоксид кремния
- Дистиллированная вода, очищенная через Milli-Q

ХОД РАБОТЫ

1. Подготовка стандартных растворов. Приготовление калибровочных растворов.
2. Пробоподготовка по технике DLLME.
3. Анализ ГХ-МС

Условия хромато-масс-спектрометрического анализа

ГХ параметры:

- Инжектор: PTV, 280°C
- Режим ввода: без splitless
- Объем ввода: 1 мкл
- Температурная программа:
 - 60°C (1 мин)
 - 20°C/мин до 300°C
 - 300°C (5 мин)

МС параметры:

- Источник ионов: EI, 70 эВ
- Температура ионного источника: 230°C
- Температура интерфейса: 280°C
- Режим сканирования: Full Scan (m/z 50-500)
- Режим SIM для целевых соединений

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Идентификация соединений

Таблица – Характерные ионы для идентификации

Соединение	Молекулярный ион	Характерные ионы
Нафталин	128	102, 127
Фенантрен	178	152, 176
Пирен	202	200, 203
Бенз(а)пирен	252	250, 253
ПХБ-28	256	186, 258

Построение градуировочных графиков. Расчет по внутреннему стандарту.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

Определение спиртов в парфюмерной композиции

Пламенно-ионизационный детектор (ПИД) – универсальный детектор для органических соединений. Принцип действия основан на ионизации углеродсодержащих соединений в водородном пламени и регистрации возникающего ионного тока.

Оборудование и реактивы:

- Газовый хроматограф с ПИД
- Капиллярная колонка HP-INNOWax (30 м × 0,32 мм × 0,5 мкм)
- Микрошприц на 1 мкл
- Стандартные растворы: метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол
- Парфюмерная композиция (одеколон или духи)
- Внутренний стандарт – н-бутанол

Условия хроматографирования:

- Температура испарителя: 220°C
- Температура детектора: 250°C
- Температурная программа: 40°C (2 мин) → 10°C/мин → 200°C (5 мин)
- Газ-носитель: гелий, скорость 1,5 мл/мин
- Водород: 30 мл/мин, воздух: 300 мл/мин

Ход работы:

1) Приготовление калибровочных растворов:

В 4 мерные колбы на 25 мл внести по 0,5 мл внутреннего стандарта. Добавить стандартные растворы спиртов в диапазоне концентраций 0,1-1,0%. Довести до метки гексаном.

2) Подготовка пробы: 0,1 мл парфюмерной композиции + 0,5 мл внутреннего стандарта. Разбавить до 25 мл гексаном.

Проведение анализа:

Ввод пробы – 0,2 мкл

Регистрация хроматограмм

Обработка результатов:

Рассчитать относительные времена удерживания для каждого спирта. Построить калибровочные графики "отношение площадей пиков спирт/внутренний стандарт – концентрация". Определить качественный и количественный состав пробы.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5

Определение сахаров в безалкогольных напитках

Рефрактометрический детектор измеряет изменение показателя преломления элюата. Подходит для определения соединений, не имеющих хромофорных групп – сахаров, органических кислот.

Оборудование и реактивы:

- Жидкостный хроматограф с рефрактометрическим детектором
- Колонка: NH_2 -фаза, $250 \times 4,6$ мм, 5 мкм
- Стандартные растворы: глюкоза, фруктоза, сахароза (1-10 г/л)
- Безалкогольные напитки (газировка, сок)
- Ацетонитрил для ВЭЖХ
- Вода очищенная

Условия хроматографирования:

- Подвижная фаза: ацетонитрил-вода (75:25)
- Скорость потока: 1,0 мл/мин
- Температура колонки: 30°C
- Объем ввода: 20 мкл
- Температура детектора: 35°C

Ход работы:

1. Пробоподготовка:
 - Газированный напиток дегазировать ультразвуком 10 мин.
 - Разбавить в 10-50 раз подвижной фазой.
 - Фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм.
2. Построение калибровочных графиков:
 - Приготовить серию стандартных растворов сахаров (0,1-5 г/л).
 - Провести хроматографирование.
3. Анализ пробы:
 - Ввод подготовленной пробы.
 - Регистрация хроматограммы.

Обработка результатов:

1. Идентифицировать пики сахаров по времени удерживания.
2. Рассчитать концентрации по калибровочным графикам.
3. Сравнить с данными на упаковке продукта.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6

Идентификация летучих компонентов в эфирном масле

Нецелевой скрининг – подход, позволяющий обнаруживать и идентифицировать неизвестные соединения в сложных смесях без предварительного знания об их составе.

Оборудование и реактивы:

- ГХ-МС система с квадрупольным масс-анализатором
- Капиллярная колонка DB-5MS (30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм)
- Эфирные масла (лаванда, мята, эвкалипт)
- Н-алканы (C8-C20) для расчета индексов удерживания
- Гексан для разбавления

Условия хроматографирования:

- Температурная программа: 50°C (1 мин) → 5°C/мин → 280°C (5 мин)
- Режим ионизации: EI, 70 эВ
- Диапазон сканирования: m/z 35-350
- Температура ионного источника: 230°C

Ход работы:

1. Подготовка пробы:
 - Разбавить 10 мкл эфирного масла в 1 мл гексана
 - Добавить смесь н-алканов (по 10 мкл каждого)
2. Запись масс-спектров:
 - Ввод пробы 1 мкл
 - Регистрация тотальной ионной хроматограммы
3. Обработка данных:
 - Деконволюция пиков
 - Поиск в масс-спектральных библиотеках (NIST, Wiley)
 - Расчет линейных индексов удерживания

Обработка результатов:

1. Составить список идентифицированных соединений
2. Рассчитать индексы удерживания для основных компонентов
3. Оценить вероятность идентификации по совпадению с библиотечными спектрами
4. Определить основные компоненты, характерные для данного эфирного масла

Критерии идентификации:

- Совпадение масс-спектра >80%
- Совпадение индекса удерживания ±5 ед.
- Химическая правдоподобность находки

Примечание: Все работы проводятся в вытяжном шкафу с соблюдением правил техники безопасности.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7

Потенциометрическое определение pH и концентрации ионов фтора

Основы потенциометрии. Уравнение Нернста. Принцип работы стеклянного электрода и фторид-селективного электрода.

Ход работы:

1. Калибровка pH-метра по стандартным буферным растворам (pH 4,01; 6,86; 9,18).

2. Измерение pH нескольких неизвестных растворов (например, фруктового сока, минеральной воды, водопроводной воды).

3. Построение градуировочного графика для фторид-ионов: Измерение ЭДС серии стандартных растворов NaF (например, 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} М) с добавлением TISAB (буфер для устранения мешающего влияния).

4. Определение концентрации F^{-} в образце зубной пасты или ополаскивателя для рта (после соответствующей пробоподготовки).

Оборудование и реактивы: Иономер/потенциостат, стеклянный электрод, электрод сравнения (хлорсеребряный), фторид-селективный электрод, стандартные буферные растворы, NaF, TISAB, мерные колбы, пипетки.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №8

Кондуктометрическое титрование смеси сильной и слабой кислот

Закон Кольрауша. Зависимость удельной электропроводности от концентрации ионов. Изменение проводимости в точках эквивалентности.

Ход работы:

1. В коническую колбу поместить 50 мл анализируемой смеси (например, $\text{HCl} + \text{CH}_3\text{COOH}$).

2. Измерить начальную электропроводность.

3. Проводить титрование стандартным раствором NaOH (0,1 М), добавляя титрант порциями по 1,0 мл (вблизи ТЭ – мельче) и измеряя проводимость после каждого добавления.

4. Построить кондуктометрическую кривую в координатах «электропроводность – объем титранта».

Обработка результатов: графически определить две точки эквивалентности. По первой ТЭ рассчитать концентрацию сильной кислоты, по разности между первой и второй – концентрацию слабой кислоты.

Оборудование и реактивы: кондуктометр, ячейка для измерений, магнитная мешалка, бюретка, стандартный раствор NaOH , анализируемая смесь кислот.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №9

Вольтамперометрическое определение ионов свинца и кадмия

Основы вольтамперометрии. Стадии анализа: электрохимическое концентрирование на рабочем электроде и растворение (стадия измерения).

Ход работы:

1. Подготовка электрода: Полировка стеклоуглеродного рабочего электрода.
2. Получение вольтамперограммы фона (ацетатный буфер, pH ~4,5).
3. Анализ стандартных растворов: В ячейку с фоновым электролитом последовательно добавлять аликвоты стандартного раствора Pb^{2+} и Cd^{2+} .
4. Запись вольтамперограмм после каждой добавки (стадия концентрирования: -1,2 В, 60 сек; стадия растворения: развертка от -1,2 В до 0 В).
5. Анализ пробы водопроводной или модельной природной воды.

Обработка результатов: построить калибровочные графики зависимости пикового тока от концентрации для Pb и Cd. Определить их концентрации в пробе методом добавок.

Оборудование и реактивы: вольтамперометрический анализатор, трехэлектродная ячейка (стеклоуглеродный рабочий электрод, вспомогательный электрод, хлорсеребряный электрод сравнения), стандартные растворы $Pb(NO_3)_2$ и $Cd(NO_3)_2$, ацетатный буфер.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №10

Кулонометрическое титрование с генерацией титранта: определение витамина С

Закон Фарадея. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование. Генерация титранта *in situ*.

Оборудование и реактивы:

Кулонометрическая установка (источник постоянного тока, потенциостат), электролитическая ячейка с платиновыми электродами, KBr, H₂SO₄, таблетки аскорбиновой кислоты или фруктовый сок.

Ход работы:

1. В электролитическую ячейку поместить фоновый электролит (раствор KBr в H₂SO₄).
2. Генерация брома: На электродах при пропускании тока будут генерироваться ионы Br₂, которые являются титрантом для витамина С.
3. Калибровка системы: Определить константу генерации, титруя стандартный раствор аскорбиновой кислоты.
4. Анализ пробы: Добавить в ячейку растертую таблетку витамина С или аликвоту сока и провести титрование при постоянном токе.
5. Фиксация конечной точки бипотенциометрически (по резкому изменению потенциала индикаторной системы).
- 6.

Обработка результатов:

Рассчитать массу аскорбиновой кислоты по закону Фарадея: $m = (I * t * M) / (n * F)$, где I – сила тока, t – время титрования, M – молярная масса, n – число электронов, F – постоянная Фарадея.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №11

Хроноамперометрическое исследование диффузионных процессов

Уравнение Коттрелла. Диффузионно-контролируемый ток на микроэлектродах.

Оборудование и реактивы:

Потенциостат, трехэлектродная ячейка, рабочий микроэлектрод (или стационарный электрод с известной площадью), $K_3[Fe(CN)_6]$, KCl.

Ход работы:

1. Приготовить раствор хорошо изученного электроактивного вещества, например, гексацианоферрата (III) калия ($K_3[Fe(CN)_6]$) в фоновом электролите (KCl).
2. Установить в трехэлектродную ячейку рабочий электрод (платиновый диск малого диаметра имитирует микроэлектрод).
3. Подать на рабочий электрод скачок потенциала от значения, где не протекает электронная реакция, до потенциала, соответствующего предельному диффузионному току для восстановления $[Fe(CN)_6]^{3-}$.
4. Записать зависимость тока от времени (i - t кривую) в течение 10-30 секунд.

Обработка результатов:

1. Построить график зависимости $i = f(1/\sqrt{t})$.
2. Аппроксимировать данные линейной зависимостью. Угловым коэффициентом наклона прямой соответствует уравнению Коттрелла: $i = (n \cdot F \cdot A \cdot C \cdot \sqrt{D}) / (\sqrt{\pi} \cdot \sqrt{t})$.
3. Зная площадь электрода (A), концентрацию (C), число электронов (n), рассчитать коэффициент диффузии (D).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №12

Определение содержания хлороводородной и уксусной кислот в растворе при их совместном присутствии

Определение проводят методом потенциометрического кислотно-основного титрования, титрант – стандартный раствор гидроксида натрия.

При титровании смеси сильной хлороводородной и слабой уксусной ($pK_a = 4,75$) кислот на кривой титрования наблюдается два скачка титрования. Вначале титруется хлороводородная, затем уксусная кислота. Однако дифференцированное титрование смеси хлороводородной и уксусной кислот в водном растворе невозможно провести с достаточной точностью из-за отсутствия заметного скачка потенциала в первой точке эквивалентности, отвечающей оттитровыванию хлороводородной кислоты.

Поэтому титруют аликвотные порции анализируемого раствора в водной и водно-ацетоновой средах: при титровании в водном растворе находят объем стандартного раствора щелочи, эквивалентной суммарному содержанию кислот, $V(NaOH)$; при титровании в водно-ацетоновой среде определяют объем раствора щелочи, пошедшей на реакцию с хлороводородной кислотой $V_1(NaOH)$. Раздельное титрование раствора HCl становится возможным вследствие уменьшения степени диссоциации уксусной кислоты в присутствии ацетона.

Расчет массы HCl и CH_3COOH в анализируемом растворе проводят по формулам:

$$m(HCl) = \frac{V_1(NaOH) * C(NaOH) * M(HCl)}{V_{\text{пип}}(HCl + CH_3COOH)} * V_K$$
$$m(CH_3COOH) = \frac{(V(NaOH) - V_1(NaOH)) * C(NaOH) * M(CH_3COOH)}{V_{\text{пип}}(HCl + CH_3COOH)} * V_K$$

где $V_{\text{пип.}}(HCl + CH_3COOH)$ – аликвота, равная вместимости пипетки, мл; V_K – вместимость мерной колбы, мл.

Выполнение работы:

1. Получите смесь хлороводородной и уксусной кислот, доведите до метки дистиллированной водой и хорошо перемешайте.
2. Потенциометрическое титрование в водной среде. Заполните бюретку стандартным раствором $NaOH$. В стакан для титрования отберите пипеткой аликвотную часть испытуемого раствора, добавьте 20-30 мл дистиллированной воды. Погрузите в стакан электроды (индикаторный – стеклянный, электрод сравнения – хлоридсеребряный), включите магнитную мешалку и приступите к титрованию. Вначале проведите ориентировочное титрование, приливая по 0,5 мл титранта и измеряя pH раствора. Результаты титрования занесите в табл.1.

Таблица 1 Результаты ориентировочного титрования в водной среде
V(HCl + CH₃COOH)

Объем NaOH, мл	pH	E, мВ

При этом надо обнаружить два скачка потенциала или pH: первый небольшой и второй – основной. Первый скачок на кривой потенциометрического титрования смеси кислот соответствует нейтрализации HCl, второй скачок – нейтрализации CH₃COOH. Отсутствие заметного первого скачка потенциала не позволяет установить точный расход раствора щелочи на титрование хлороводородной кислоты. При повторном (точном) титровании в водной среде определяют вторую точку эквивалентности, стандартный раствор щелочи вблизи второго скачка титрования приливайте по 0,5 мл. Результаты титрования занесите в табл.2.

Таблица 2 Результаты точного титрования в водно-ацетоновой среде
V(HCl + CH₃COOH)

Объем NaOH, мл	pH	E, мВ

Постройте график зависимости $\Delta pH/\Delta V$ от V(NaOH) и по положению максимумов определите положение первой и второй точек эквивалентности и объемы титранта в первой точке эквивалентности (V₁) и второй точки эквивалентности (V). Вычислите содержание HCl и CH₃COOH (в г) в анализируемом растворе.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №13

Спектрофотометрическое определение железа с сульфосалициловой кислотой

Сульфосалициловая кислота (ССК) образует с ионами железа (III) в зависимости от pH среды комплексы различного состава и окраски:

В сильноокислой среде (pH 1-2) - фиолетовый комплекс 1:1.

В слабоокислой среде (pH 4-5) - красно-коричневый комплекс.

В нейтральной и слабощелочной среде (pH 8-10) - желтый комплекс 1:3.

Наиболее устойчивым и применяемым в аналитической практике является желтый комплекс, образующийся в аммиачной среде.

Приборы:

- Спектрофотометр
- Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм
- Мерные колбы на 50 мл - 7 шт.
- Пипетки мерные на 1, 2, 5, 10 мл
- Стаканы химические на 50-100 мл

Реактивы:

- Стандартный раствор соли железа(III) с концентрацией 0,1 мг/мл
- 10% раствор сульфосалициловой кислоты
- Аммиак водный концентрированный (25%)
- Ацетатный буферный раствор (pH $\approx$ 4,5)
- Дистиллированная вода

ХОД РАБОТЫ

Приготовление серии стандартных растворов

Таблица 1. Состав стандартных растворов для построения градуировочного графика

№ колбы	Объем стандартного раствора Fe^{3+} , мл	Концентрация Fe^{3+} в колбе, мг/50 мл	Концентрация Fe^{3+} , мг/мл
1	0,0 (холостая проба)	0,00	0,0000
2	1,0	0,10	0,0020
3	2,0	0,20	0,0040
4	3,0	0,30	0,0060
5	4,0	0,40	0,0080
6	5,0	0,50	0,0100

Порядок приготовления:

В мерные колбы на 50 мл внести соответствующие объемы стандартного раствора железа. Во все колбы добавить по 5 мл 10% раствора сульфосалициловой кислоты. Добавить по 10 мл ацетатного буферного раствора.

По каплям прибавлять аммиак до появления устойчивой желтой окраски ($\text{pH} \approx 8-9$). Довести объем раствора в колбах до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Измерение оптической плотности

Установить в спектрофотометре длину волны 430 нм. Провести измерения оптической плотности всех стандартных растворов относительно холостой пробы. Результаты измерений занести в таблицу 2.

Таблица 2. Результаты измерений оптической плотности

№ раствора	Концентрация	Оптическая плотность

По данным таблицы 2 построить градуировочный график в координатах $A - c$ (оптическая плотность - концентрация).

Методом наименьших квадратов определить уравнение прямой: $A = k \cdot c + b$

Рассчитать коэффициент корреляции и оценить линейность графика.

Определение содержания железа в анализируемом растворе

В мерную колбу на 50 мл внести аликвоту анализируемого раствора (объем указать преподавателем). Провести все операции, как при приготовлении стандартных растворов.

Измерить оптическую плотность полученного раствора.

По градуировочному графику определить концентрацию железа в анализируемом растворе.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Расчет концентрации железа и неопределенности результатов анализа.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №14

Спектрофотометрическое определение хрома и марганца при совместном присутствии

Хром в степени окисления +6 существует в виде хромат-ионов (CrO_4^{2-}), которые имеют желтую окраску с максимумом поглощения при 370 нм. Марганец в степени окисления +7 существует в виде перманганат-ионов (MnO_4^-) с фиолетовой окраской и максимумом поглощения при 525-545 нм.

Закон Бугера-Ламберта-Бера для двухкомпонентной системы:

Для смеси двух веществ, поглощающих в одной области спектра, суммарная оптическая плотность равна:

$$A_{\lambda} = \varepsilon_{\lambda 1} \cdot c_1 \cdot l + \varepsilon_{\lambda 2} \cdot c_2 \cdot l \quad A_{\lambda} = \varepsilon_{\lambda 1} \cdot c_1 \cdot l + \varepsilon_{\lambda 2} \cdot c_2 \cdot l$$

где:

A_{λ} - оптическая плотность при длине волны λ

$\varepsilon_{\lambda 1}, \varepsilon_{\lambda 2}$ - молярные коэффициенты поглощения компонентов

c_1, c_2 - концентрации компонентов

l - толщина кюветы

- Стандартный раствор K_2CrO_4 (0,01 М)
- Стандартный раствор KMnO_4 (0,01 М)
- Раствор H_2SO_4 (0,1 М)
- Дистиллированная вода

Экспериментальная часть

Снятие спектров поглощения

1. Приготовить отдельно растворы K_2CrO_4 и KMnO_4 с концентрацией $\sim 10^{-3}$ М
2. Снять спектры поглощения в области 350-600 нм
3. Определить длины волн максимального поглощения для каждого иона

Построение градуировочных графиков

1. Приготовление стандартных растворов.
2. Оптические плотности стандартных растворов.

Определение концентраций в смеси

1. Приготовить анализируемый раствор смеси Cr(VI) и Mn(VII)
2. Измерить оптическую плотность при трех длинах волн:
 - $\lambda_1 = 370$ нм (максимум для Cr)
 - $\lambda_2 = 525$ нм (максимум для Mn)
 - $\lambda_3 = 440$ нм (вспомогательная)

Расчеты и обработка результатов

Расчет молярных коэффициентов поглощения, определение концентрации.

Требования к отчету

Цель работы и теоретическое обоснование.

Экспериментальные данные в виде таблиц.

Графики спектров поглощения и градуировочные графики.

Расчеты концентраций компонентов в смеси.

Ответы на контрольные вопросы.

Выводы.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №15

Спектрофотометрический анализ водопроводной воды с использованием метода стандартных добавок

Нитрат-ионы в ультрафиолетовой области спектра обладают собственным поглощением с максимумом при длине волны ~ 220 нм. Метод стандартных добавок используется для учета матричных эффектов сложной пробы, таких как наличие других поглощающих веществ и влияние ионной силы. Метод заключается в добавлении известных количеств определяемого вещества к аликвотам пробы и построении графика в координатах "Оптическая плотность – Концентрация добавки". Экстраполяция графика до пересечения с осью абсцисс дает концентрацию аналита в пробе.

Оборудование и реактивы:

- Спектрофотометр УФ-диапазона
- Кюветы с длиной оптического пути 1 см
- Мерные колбы на 50 мл (5 шт.)
- Пипетки мерные
- Стандартный раствор KNO_3 с концентрацией 100 мг/л по NO_3^-
- Раствор HCl (1 М) для подкисления
- Образец водопроводной воды
- Дистиллированная вода

Ход работы:

1. Пробоподготовка: взять 5 мерных колб на 50 мл. Во все колбы внести по 25 мл профильтрованной водопроводной воды и 1 мл раствора HCl .

2. Приготовление серии растворов:

- Колба 1: Только проба (холостая с пробой).
- Колба 2: Проба + 1,0 мл стандартного раствора NO_3^- .
- Колба 3: Проба + 2,0 мл стандартного раствора NO_3^- .
- Колба 4: Проба + 3,0 мл стандартного раствора NO_3^- .
- Колба 5: Проба + 4,0 мл стандартного раствора NO_3^- .

Довести все колбы до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

3. Измерение оптической плотности: Измерить оптическую плотность всех растворов при длине волны 220 нм относительно дистиллированной воды. Результаты занести в таблицу.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №16

ИК-спектроскопия: идентификация функциональных групп в органических соединениях

Инфракрасная спектроскопия основана на поглощении ИК-излучения, вызывающем колебательные переходы в молекулах. Положение полос поглощения (волновое число, см^{-1}) характерно для определенных химических связей и функциональных групп, что делает ИК-спектроскопию мощным инструментом идентификации.

Оборудование и реактивы:

- ИК-Фурье спектрометр
- Оборудование для приготовления таблеток с KBr (пресс, матрицы)
- Атрактуарное осаждение (опционально)
- Бромид калия (очищенный, для ИК-спектроскопии)
- Набор неизвестных органических соединений (например, бензойная кислота, ацетаниlid, ацетон)

Ход работы:

1. Приготовление образца:
 - Метод таблеток с KBr: тщательно растереть в агатовой ступочке 1-2 мг анализируемого вещества со 100-200 мг KBr. Полученную смесь спрессовать в вакууме в прозрачную таблетку.
2. Снятие спектра:
 - Установить таблетку в держатель спектрометра.
 - Снять ИК-спектр в диапазоне $4000-400 \text{ см}^{-1}$.
 - Записать спектр фона (таблетка из чистого KBr).
3. Повторить процедуру для 2-3 выданных неизвестных соединений.
5. Обработка результатов:
 1. Для каждого полученного спектра:
 - Отметить основные полосы поглощения.
 - Сопоставить положения полос с табличными данными и идентифицировать функциональные группы.
 2. На основе совокупности полос сделать вывод о классе соединения (например, карбоновая кислота, ароматический кетон, амин).
 3. Сделать предположение о конкретном соединении.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №17

Люминесцентный анализ: определение содержания хинина в тонизирующем напитке

Хинин – алкалоид, обладающий интенсивной синей флуоресценцией в кислой среде при возбуждении в УФ-области (~350 нм). Метод высоко чувствителен и селективен. Интенсивность флуоресценции пропорциональна концентрации вещества при малых поглощениях.

Оборудование и реактивы:

- Флуориметр (спектрофлуориметр)
- Кюветы для флуориметрии
- Мерные колбы на 50 мл (6-7 шт.)
- Пипетки
- Стандартный раствор хинина сульфата (1 мг/л в 0,05 М H_2SO_4)
- Серная кислота, 0,05 М
- Образец тонизирующей воды

Ход работы:

1. Пробоподготовка: Тонизирующую воду деказировать ультразвуком или перемешиванием для удаления CO_2 . Разбавить в 10-50 раз 0,05 М H_2SO_4 (точное разведение укажет преподаватель).

2. Построение градуировочного графика:

○ Приготовить серию стандартных растворов хинина в мерных колбах на 50 мл, используя 0,05 М H_2SO_4 . Диапазон концентраций: 0,00 (холостая); 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 мг/л.

3. Измерение флуоресценции:

○ Установить длину волны возбуждения 350 нм.
○ Установить длину волны излучения 450 нм.
○ Измерить интенсивность флуоресценции (Ифл) всех стандартных растворов и подготовленной пробы.

4. Построить градуировочный график Ифл от концентрации хинина.

5. По уравнению прямой или с помощью графика определить концентрацию хинина в разбавленной пробе (Сразб).

6. Рассчитать концентрацию хинина в исходном напитке с учетом коэффициента разведения ($\text{Сисх} = \text{Сразб} \times D$).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №18

Индивидуальная задача: Черный ящик.

В рамках выполнения этой лабораторной работы студенту предстоит решить индивидуальный практический кейс на основе задач предприятия-партнера.

В задании необходимо указать:

- объект исследования,
- показатели,
- требования к стоимости исследования и требования по экологической безопасности реализуемого исследования,
- историю.

Студенту необходимо провести поиск имеющейся литературы по данному вопросу и составить алгоритм решения поставленной задачи.

После одобрения теоретической части преподавателем, студент приступает к выполнению практической части: проводит исследования согласно методике, которую он предложил по результатам теоретического исследования.

Таким образом, данное задание является комбинированным – сочетает формирование навыка поиска и критического анализа литературы для решения задачи, похожей на ту, которую он в дальнейшем может получить на предприятии.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания

*по организации и
проведению
самостоятельной работы
по дисциплине*

*Аналитическая химия. Физико-химические методы
анализа*

для студентов направления подготовки
18.03.01 Химическая технология

профиль Основной органический и нефтехимический синтез

Ставрополь, 2026

Список основных вопросов по хроматографическим методам анализа

Определение хроматографии. Понятие о подвижной и неподвижной фазах. Классификация методов по агрегатному состоянию фаз, механизму удержания, по технике выполнения. Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный). Параметры удерживания. Основное уравнение хроматографии. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория. Разрешение как фактор оптимизации хроматографического процесса. Качественный и количественный хроматографический анализ.

Газовая хроматография. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография. Сорбенты и носители, требования к ним. Схема газового хроматографа. Колонки. Основные типы детекторов, их чувствительность и селективность. Область применения газовой хроматографии.

Жидкостная хроматография. Виды жидкостной хроматографии. Преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии. Схема жидкостного хроматографа. Детекторы, их чувствительность и селективность.

Адсорбционно-жидкостная хроматография. Нормально-фазовый и обращено-фазовый варианты. Полярные и неполярные неподвижные фазы и принципы их выбора. Модифицированные силикагели как сорбенты. Подвижные фазы и принципы их выбора. Области применения адсорбционно-жидкостной хроматографии.

Ионообменная хроматография. Строение и физико-химические свойства ионообменников. Ионообменное равновесие. Селективность ионного обмена и факторы, определяющие его. Области применения ионообменной хроматографии. Ионная хроматография как вариант высокоэффективной ионообменной хроматографии. Особенности строения и свойства сорбентов для ионной хроматографии. Одноколоночная и двухколоночная ионная хроматография, их преимущества и недостатки. Ионохроматографическое определение катионов и анионов. Ион-парная и лиганд-обменная хроматография. Общие принципы. Подвижные и неподвижные фазы. Области применения.

Эксклюзионная хроматография. Общие принципы метода. Подвижные и неподвижные фазы. Особенности механизма разделения. Определяемые вещества и области применения метода.

Планарная хроматография. Общие принципы разделения. Способы получения хроматограмм (восходящий, нисходящий, круговой, двумерной). Реагенты для проявления хроматограмм. Бумажная хроматография. Механизм разделения. Подвижные фазы. Преимущества и недостатки. Тонкослойная

хроматография.
фазы.

Механизмы разделения.
Области

Сорбенты

неподвижные
применения.

Список основных вопросов по электрохимическим методам анализа

Общая характеристика электрохимических методов. Классификация. Электрохимические ячейки. Индикаторный электрод и электрод сравнения. Равновесные и неравновесные электрохимические системы. Явления возникающие при протекании тока (омическое падение напряжения, концентрационная и кинетическая поляризация). Поляризационные кривые и их использование в различных электрохимических методах.

Прямая потенциометрия. Измерение потенциала. Обратимые и необратимые окислительно-восстановительные системы. Индикаторные электроды. Ионметрия. Классификация ионо-селективных электродов: электроды с гомогенными и гетерогенными матрицами, стеклянные электроды, электроды с подвижными носителями, ферментные и газочувствительные электроды. Электродная функция, коэффициент селективности, время отклика. Примеры практического применения.

Потенциометрическое титрование. Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования; индикаторы. Использование реакций: кислотно-основных, осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления. Примеры практического применения.

Вольтамперометрия. Сущность метода. Классификация вольтамперометрических методов. Индикаторные электроды. Преимущества и недостатки ртутного электрода. Применение твердых электродов. Характеристики вольтамперной кривой. Емкостной, миграционный и диффузионный токи. Предельный диффузионный ток. Полярография. Уравнение Ильковича. Уравнение полярографической волны Ильковича-Гейровского. Потенциал полуволны. Факторы влияющие на величину потенциала полуволны. Современные виды вольтамперометрии: прямая и инверсионная, переменноточковая, хроноамперометрия с линейной разверткой (осцилополярография). Преимущества и ограничения по сравнению с классической полярографией.

Амперометрическое титрование. Сущность метода. Индикаторные электроды. Выбор потенциала индикаторного электрода. Амперометрическое титрование с одним и двумя поляризованными электродами. Виды кривых титрования. Примеры практического применения вольтамперометрических методов и амперометрического титрования. Регистрация и расшифровка полярограммы индивидуального депольаризатора – иона металла. Определение концентраций веществ методом градуировочного графика и методом добавок с использованием классической, осциллографической, переменноточковой вольтамперометрии.

Кулонометрия. Теоретические основы. Закон Фарадея. Способы

определения количества электричества. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование. Кулонометрия при постоянном токе и постоянном потенциале. Внешняя и внутренняя генерация кулонометрического титранта. Титрование электроактивных и электронеактивных компонентов. Определение конечной точки титрования. Преимущества и ограничения кулонометрического титрования по сравнению с другими титриметрическими методами. Примеры практического применения.

Список основных вопросов по спектроскопическим методам анализа

Спектр электромагнитного излучения. Энергия фотонов, длина волны, частота, волновое число: термины, символы, единицы измерения. Составляющие внутренней энергии частиц и соответствующие им диапазоны электромагнитного излучения. Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмиссия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеивание. Классификация спектроскопических методов по природе частиц, взаимодействующих с излучением (атомные, молекулярные); характеру процесса, диапазону электромагнитного излучения.

Спектры атомов. Основные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы, правила отбора. Вероятности электронных переходов и время жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина. Причины уширения спектральных линий.

Спектры молекул, их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Электронные, колебательные и вращательные спектры молекул. Зависимость вида спектра от агрегатного состояния вещества.

Основные законы испускания и поглощения электромагнитного излучения. Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого компонента. Основные способы определения концентрации в спектроскопических методах.

Аппаратура. Способы монохроматизации лучистой энергии. Классификация спектральных приборов, их характеристики: дисперсия разрешающая способность, светосила. Приемники излучения: фотоэмульсия, фотоэлементы, фотоумножители, полупроводниковые приемники. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум.

Атомно-эмиссионный метод. Принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрометра. Источники атомизации и возбуждения (атомизаторы): электрические разряды (дуговые, искровые, пониженного давления), пламенная, плазменные источники, лазеры. Основные характеристики атомизаторов: температура, состав атмосферы атомизатора, концентрация электронов.

Физические и физико-химические процессы в атомизаторах. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения.

Особенности подготовки пробы и её введения в атолизаторы различного типа. Качественный и количественный анализ методом АЭС.

Атомно-абсорбционный метод. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрометра. Атолизаторы. Источники излучения, их характеристики. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Возможности, достоинства и недостатки метода по сравнению с АЭС.

Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия). Связь химической структуры соединения со спектром поглощения. Способы получения окрашенных соединений. Фотометрические аналитические реагенты, требования к ним. Способы определения концентрации веществ. Измерение высоких, низких оптических плотностей (дифференциальный метод). Анализ многокомпонентных систем. Спектрофотометрия как метод исследования реакций в растворах, сопровождающихся изменением спектров поглощения. Метрологические характеристики и аналитические возможности. Примеры практического применения. Принципиальная схема прибора. Главные причины отклонения от основного закона светопоглощения (инструментальные и физико-химические).

Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Классификация видов люминесценции по источникам возбуждения, механизму и длительности свечения. Флуоресценция и фосфоресценция. Схема Яблонского. Закон Стокса-Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина. Принципиальная схема прибора. Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции. Спектральные и физико-химические помехи. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и возможности метода по сравнению с методом спектрофотометрии. Преимущества люминесцентной спектроскопии при идентификации органических соединений. Примеры использования.