

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет»
Институт естественных наук
Кафедра фундаментальной и прикладной химии

Т.Н. Кропачева

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА И ИССЛЕДОВАНИЯ**

Учебное пособие



Ижевск

2024

УДК 543.55(075.8)

ББК 24.57я73

К835

Рекомендовано к изданию Учебно-методическим советом УдГУ

Рецензенты: канд. хим. наук, вед. науч. сотрудник УдмФИЦ УрО РАН **М.А. Шумилова,**

канд. хим. наук, инженер АО ИЭМЗ «Купол» **А.С. Антонова.**

Кропачева Т.Н.

К835 Электрохимические методы анализа и исследования : учеб. пособие. – Ижевск : Удмуртский университет, 2024. – 75 с.

ISBN 978-5-4312-1173-7

Учебное пособие содержит подробное описание лабораторных и практических работ, иллюстрирующих широкие возможности электрохимических методов для анализа и исследования разнообразных объектов и процессов.

Пособие предназначено для студентов по направлениям подготовки 04.03.01 «Химия» и 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия».

УДК 543.55(075.8)

ББК 24.57я73

ISBN 978-5-4312-1173-7

© Кропачева Т.Н., 2024

© ФГБОУ ВО «Удмуртский

государственный университет», 2024

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ.....	5
Определение коэффициента селективности ион-селективного электрода	5
Прямая потенциометрия с использованием ион-селективных электродов: определение фторидов в воде.....	8
Потенциометрическое титрование с использованием ион-селективных электродов: определение ЭДТА в воде	12
Потенциометрическое исследование равновесий: комплексообразование в системе Ca(II) –ОЭДФ	14
Инверсионная вольтамперометрия: определение ртути в воде.....	19
Исследование обратимости системы $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}/\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ методом циклической вольтамперометрии	23
Электрокатализ: окисление этанола на химически модифицированных электродах	25
Вольтамперометрическое определение углеводов с использованием медного электрода	29
Неводные растворители в электрохимии: восстановление хинонов	33
ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ.....	37
ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ	37
ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ	52
КУЛОНОМЕТРИЯ.....	72
КОНДУКТОМЕТРИЯ.....	73
СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	75

ВВЕДЕНИЕ

Электрохимические методы основаны на изучении процессов, протекающих на поверхности электрода или в межэлектродном пространстве. В зависимости от измеряемого аналитического сигнала (электрический параметр), эти методы подразделяются на несколько групп.

Метод	Измеряемый сигнал
Потенциометрия	Потенциал
Вольтамперометрия	Сила тока
Кондуктометрия	Сопротивление
Кулонометрия	Количество электричества

Электрохимические методы широко применяются для решения задач химического анализа разнообразных объектов (материалы, руды, вода, почва, воздух, пищевые, фармацевтические, сельскохозяйственные продукты и др.). Достоинствами электрохимических методов анализа является их универсальность, высокая чувствительность, селективность, доступность, экспрессность, относительно невысокая стоимость оборудования и возможность автоматизации измерений. При этом современной тенденцией является широкое внедрение в лабораторную практику электрохимических анализаторов (сенсоров) – недорогих портативных устройств, характеризующихся простотой конструкции и возможностью автоматического преобразования измеряемого электрического сигнала в концентрацию аналита (глюкометры, алкотестеры, солемеры, оксиметры и пр.). Другая область применения электрохимических методов связана с проведением исследований, связанных с изучением кинетики и термодинамики протолитических, координационных, гетерогенных и окислительно-восстановительных процессов. При проведении анализа и исследований используют как прямые, так и косвенные (титрование) электрохимические методы.

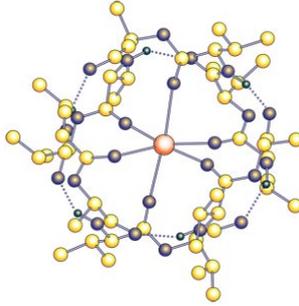
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Лабораторная работа

«Определение коэффициента селективности ион-селективного электрода»

Избирательные свойства ион-селективного электрода (ИСЭ) по отношению к иону А, по сравнению с ионом В, характеризуются потенциометрическим коэффициентом селективности ($K_{A/B}$). Электрод более селективен к иону А, чем к иону В, если $K_{A/B} < 1$. Селективность определяется термодинамическим фактором (константа распределения ионов между фазами мембрана–раствор) и кинетическим фактором (подвижность ионов в фазе мембраны). Ни один их известных ИСЭ не обладает идеальной специфичностью, их селективность относительна. Влияние мешающих ионов на потенциал ИСЭ описывается уравнением Никольского. Коэффициент селективности можно определить по методу *смешанных растворов*, измеряя потенциал электрода с постоянной активностью иона В и переменной активностью определяемого иона А. По методу *отдельных растворов* измеряют потенциал электрода в растворе определяемого иона А, а затем в растворе мешающего иона В.

Одним из высокоселективных электродов является калий-селективный электрод, мембрана которого содержит *валиномицин*, природный циклический депептид, состоящий из чередующихся остатков α -аминокислот (три молекулы L-валина, три молекулы D-валина) и α -оксикислот (три молекулы молочной кислоты, три молекулы D- α -оксиизовалериановой кислоты), соединенных амидными и сложноэфирными связями. Размер внутренней полярной полости валиномицина хорошо соответствует размеру негидратированного иона K^+ , где он удерживается за счет ион-дипольных взаимодействий с атомами кислорода. Катионы меньшего радиуса (Li^+ , Na^+) плохо удерживаются в полости валиномицина, что обуславливает высокую селективность K^+ -электрода ($K_{K/Na} \approx 10^{-4} - 10^{-5}$).



Структурная формула комплекса
валиномицина с ионом K^+

Валиномициновый электрод широко применяется при проведении медико-биологических исследований – определении ионов K^+ в крови (сыворотка, плазма, цельная кровь), где концентрация Na^+ значительно (в ~30 раз) превышает концентрацию K^+ .

Цель работы

- Научиться определять рабочие характеристики ИСЭ (диапазон работы, крутизну электродной функции, коэффициент селективности).
- Определить коэффициент селективности калий- ИСЭ по отношению к ионам натрия.
- Определить % содержания калия в препарате соли.

Реактивы и оборудование

- Раствор KCl с концентрацией 0,1 моль/л
- Раствор KCl с концентрацией 0,1 моль/л (на фоне 0,1 моль/л $NaCl$)
- Раствор $NaCl$ с концентрацией 0,1 моль/л
- Ионномер (любого типа),
- Калий-селективный электрод (K^+ -ИСЭ)
- Хлорсеребряный электрод сравнения (с электролитическим мостиком, заполненным $NaCl$ с концентрацией 1 моль/л),
- Магнитная мешалка.

Ход работы

Исследование электродной функции K^+ -ИСЭ

- Ознакомиться с устройством и правилами работы на иономере.
- Подготовить к работе K^+ -ИСЭ согласно инструкции в паспорте электрода.
- Для калибровки электрода приготовить серию растворов с различной концентрацией иона K^+ в диапазоне $10^{-2} \dots 10^{-6}$ моль/л. Для этого в колбу на 50 мл внести 5 мл исходного 0,1 моль/л раствора, довести до метки водой (раствор 1). Далее 5 мл раствора 1 перенести в колбу на 50 мл, довести до метки водой (раствор 2) и т. д.
- Перелить раствор 1 в химический стаканчик, погрузить электроды и измерить потенциал K^+ -ИСЭ при непрерывном перемешивании раствора. Показания прибора считывать не ранее чем через 1 мин (в разбавленных растворах через 5 мин). Тщательно промыть электроды дистиллированной водой, погрузить в раствор 2, измерить потенциал, и т. д. Полученные значения занести в таблицу.

№	$C(K^+)$, моль/л	pK	E, мВ (в отсутствии Na^+)	E, мВ (в присутствии Na^+)
1	10^{-2}			
3	10^{-3}			
4	10^{-4}			
5	10^{-5}			
6	10^{-6}			

- Построить градуировочную кривую в координатах E – pK. Определить диапазон линейности и крутизну электродной функции (S, мВ/pK) Сопоставить с паспортными значениями для используемого ИСЭ.

Определение коэффициента селективности

- Для определения коэффициента $K_{K/Na}$ селективности использовать метод смешанных растворов. Для этого приготовить серию

растворов с различной концентрацией иона K^+ в присутствии постоянной 0,1 моль/л концентрации мешающего иона Na^+ . Растворы готовить также, как описано ранее, с той разницей, что при доведении до метки использовать не воду, а 0,1 моль/л раствор $NaCl$.

– Построить градуировочную кривую в координатах $E - pK$. Определить по ней значение $K_{K/Na}$. Сопоставить полученное значение с литературными сведениями.

Определение содержания калия в соли

– Навеску калиевой соли массой 0,01-0,02 г растворить в 100 мл воды.

– Измерить потенциал K^+ -ИСЭ в полученном растворе. По градуировочной кривой определить концентрацию K^+ в растворе. Рассчитать массовую долю калия в препарате соли.

– Сделать выводы по всей работе.

Лабораторная работа

«Прямая потенциометрия с использованием ион-селективных электродов: определение фторидов в воде»

Для потенциметрического определения фторид-ионов используется ИСЭ с мембраной из монокристаллического фторида лантана LaF_3 , который имеет гексагональную решетку, состоящую из чередующихся слоев LaF_2^+ и F^- . Перенос заряда в кристаллической решетке происходит по механизму Френкеля: $LaF_3 + \text{Вакансия} = LaF_2^+ + F^-$. Благодаря высокой подвижности F^- -ионов, кристаллы LaF_3 обладают свойствами твердого электролита, электропроводность которого дополнительно увеличена легирующей добавкой EuF_3 . Применяя F^- -ИСЭ, необходимо помнить о нескольких обстоятельствах: 1) его использование недопустимо в кислых растворах ($pH < 5$), поскольку концентрация свободных F^- -ионов снижается ($H^+ + F^- = HF$; $HF + F^- = HF_2^-$); 2) при высоких pH на поверхности электрода образуется слой $La(OH)_3$: $LaF_3 + 3OH^- = La(OH)_3 + 3F^-$ ($K_{F/OH} \approx 0,1$); 3) определению фторидов мешают катионы, дающие фторидные комплексы (Al^{3+} , Fe^{3+} , Ce^{4+} ,

Li^+ , Th^{4+}). Фторид-ИСЭ можно применять для анализа воды, воздуха, биологических материалов, фармацевтических веществ, пищевых веществ.

Для снижения заболеваемости кариесом в питьевую воду обычно добавляют фторсодержащее вещество (NaF , H_2SiF_6 , Na_2SiF_6). Когда естественное содержание фтора в воде слишком велико, его приходится понижать для допустимого предела. Всемирная организация здравоохранения установила *норму* содержания фтора в питьевой воде в пределах 0,5 – 1,0 мг/л, в зависимости от климата (ПДК = 1,5 мг/л).

Цель работы

- Освоить методику количественного потенциометрического анализа с использованием метода градуировочной кривой и метода стандартных добавок.
- Определить содержание фторидов в питьевой воде.

Реактивы и оборудование

- Ацетатно-цитратный буфер (500 мл): состав 0,25 моль/л CH_3COOH + 0,75 моль/л CH_3COONa + 1 моль/л NaCl + 10^{-3} моль/л цитрата натрия) с $\text{pH}=5$ (фоновый электролит). В мерную колбу на 500 мл поместить 52 г CH_3COONa , 29,2 г NaCl , 3 г цитрата натрия и 8 мл CH_3COOH . Прилить 200-300 мл дистиллированной воды, растворить соли и довести объем раствора до метки.
- Раствор NaF с концентрацией с концентрацией 0,1 моль/л
- Ионномер (любого типа),
- Фторид-селективный электрод (F^- -ИСЭ)
- Хлорсеребряный электрод сравнения (3,5 моль/л KCl)
- Магнитная мешалка.

Ход работы

Исследование электродной функции фторид-ИСЭ

- Ознакомиться с устройством и правилами работы на ионмере.
- Подготовить к работе F^- -ИСЭ согласно инструкции в паспорте электрода.
- Для калибровки электрода приготовить серию растворов

с различной концентрацией фторид-иона. Для этого в колбу на 50 мл внести 5 мл исходного 0,1 моль/л раствора, довести до метки водой (раствор 1). Далее 5 мл раствора 2 перенести в колбу на 50 мл, довести до метки водой (раствор 2) и т. д.

– В химический стаканчик налить 20 мл раствора 6, добавить 10 мл фонового раствора, погрузить электроды и измерить потенциал ИСЭ при непрерывном перемешивании раствора. Показания прибора считывают не ранее, чем через 1 мин (в разбавленных растворах до 5 мин). Тщательно промыть электроды дистиллированной водой.

– В химический стаканчик налить 20 мл раствора 5 добавить 10 мл фонового раствора, погрузить электроды измерить потенциал, и т. д. Полученные значения занести в таблицу

№ раствора	C(F ⁻), моль/л	pF	E, мВ
1			
2			
3			
4			
5			
6			

– Построить градуировочную кривую в координатах E – pF.

– Сопоставить диапазон линейности и крутизну электродной функции S (мВ/pF) с паспортными значениями для используемого ИСЭ.

*Определение содержания фторидов в воде
Метод градуировочной кривой*

Используемый алгоритм определения основан на положениях ГОСТ 4386-89 «Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фторидов».

– Поместить в химический стаканчик 20 мл анализируемой воды (V_x), прилить 10 мл фонового раствора и измерить потенциал ИСЭ.

– Определить содержание F^- –ионов с помощью градуировочной кривой. Выразить содержание в мг/л, сравнить с рекомендованными ВОЗ нормами в питьевой воде.

Метод многократных стандартных добавок

– Поместить в химический стаканчик 20 мл анализируемой воды, прилить 10 мл фонового раствора и измерить потенциал ИСЭ.

– Добавлять в раствор по 0,2 мл стандартного раствора 10^{-3} моль/л NaF и измерять потенциал ИСЭ после каждой добавки. Заполнить таблицу.

Объем добавки ($V_{ст}$), мл	Потенциал ИСЭ E, мВ	Функция Грана $\Gamma = (V_x + V_{ст}) * 10^{E/S}$
0		
0,2		
0,4		
0,6		
0,8		
1,0		

– Построить график Грана (Γ от $V_{ст}$) и определить с его помощью концентрацию F^- - ионов.

– Занести полученные результаты в таблицу.

Концентрация фторидов в воде, мг/л		
Метод градуировочной кривой	Метод Грана	Рекомендованный уровень

– Сделать выводы по всей работе.

Лабораторная работа

«Потенциометрическое титрование с использованием ион-селективных электродов: определение ЭДТА в воде»

Этилендиаминтетраацетат натрия (ЭДТА), называемый также комплексоном III или трилоном Б, находит широкое применение в производстве синтетических моющих средств; в текстильной промышленности; в очистке поверхностей металлов перед гальванопластикой; в промышленности для растворения различных отложений на поверхности теплоэнергетического оборудования; в водоподготовке для умягчения воды в котельных и теплосетях; в аналитической химии в качестве титранта и маскирующего агента. Около 70-80% от потребляемого количества ЭДТА попадает в окружающую среду. В настоящее время ЭДТА считается одним из наиболее распространенных антропогенных загрязняющих веществ. Отрицательное влияние ЭДТА на окружающую среду обусловлено хелатообразующим свойством этого соединения. Накопление ЭДТА в почве и водоемах приводит к ремобилизации ионов тяжелых металлов из почвы, ила и донных отложений и дальнейшему загрязнению ими грунтовых и питьевых вод.

Контроль за содержанием ЭДТА в воде возможен с использованием метода потенциометрического титрования, основанного на реакции комплексобразования ЭДТА с ионами таких металлов, концентрацию которых можно определять с использованием соответствующего ИСЭ, например, медь-селективного.

Цель работы

- Освоить методику количественного анализа с использованием метода потенциометрического титрования
- Определить содержание ЭДТА в загрязненной воде.

Реактивы и оборудование

- Стандартный раствор CuSO_4 с концентрацией 0,1 моль/л. Приготовить путём растворения препарата $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в колбе на 250 мл.
- Анализируемый раствор ЭДТА с концентрацией $\sim 0,001$ моль/л,
- Иономер (любого типа),
- Cu^{2+} -ИСЭ любого типа (ЭЛИТ-227 Медь),

- Хлорсеребряный электрод сравнения (3,5 моль/л KCl),
- Магнитная мешалка.

Ход работы

– Для калибровки электрода приготовить серию растворов с различной концентрацией иона Cu(II). Для этого в колбу на 50 мл внести 5 мл исходного 0,1 моль/л раствора, довести до метки водой (раствор 1). Далее 5 мл раствора 2 перенести в колбу на 50 мл, довести до метки водой (раствор 2) и т. д.

Полученные значения занести в таблицу:

№ раствора	C (Cu ²⁺), моль/л	pCu	E, мВ
1	10 ⁻²	2	
2			
3			
4			
5			
6			

– Построить градуировочную кривую в координатах E – pCu
 – Сопоставить диапазон линейности и крутизну электродной функции S (мВ/pCu) с паспортными значениями для используемого ИСЭ.

– Определить концентрацию ЭДТА в растворе методом потенциометрического титрования стандартным раствором CuSO₄. Для этого отобрать в химический стаканчик 50 мл исследуемого раствора ЭДТА. Погрузить в раствор медь- селективный электрод и электрод сравнения.

– Заполнить бюретку раствором CuSO₄ с концентрацией 0,01 моль/л.
 – Провести потенциометрическое титрование раствора ЭДТА раствором CuSO₄ с шагом 0,2 мл при непрерывном перемешивании раствора, данные занести в таблицу:

Объем CuSO ₄ , мл	E, мВ
0	
0,2	

– Построить интегральную и дифференциальную кривые титрования, написать уравнение реакции, найти концентрацию ЭДТА в анализируемом растворе (в моль/л).

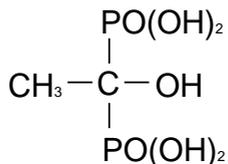
– Сделать выводы по всей работе.

Лабораторная работа

«Потенциометрическое исследование равновесий: комплексобразование в системе Ca(II) –ОЭДФ»

Определение констант различных протолитических равновесий (диссоциация кислот/оснований, гидролиз солей) с использованием стеклянного электрода для измерения pH (рН-метрия) является одной из наиболее важных и распространенных областей применения потенциометрии. Обработку полученных результатов в простейших случаях проводят методом Бьеррума путем расчета функций образования $(n(H)-pH)$. рН-Метрический метод находит широкое применение и для исследования равновесий комплексобразования, в которых участвует лиганд, обладающий кислотно-основными свойствами. Обработку полученных результатов в простейших случаях проводят методом Бьеррума путем расчета функций образования $(n(L)-pL)$. В более сложных системах используются специализированные компьютерные программы, такие как, например, Nureqquad 2008.

1-Гидроксиэтилидендифосфовая кислота (ОЭДФ) является четырехосновой кислотой, образующей комплексы со многими ионах (Fe(III), Zn(II), Cu(II), Ca(II) и др.)



Цель работы

– Научиться исследовать кислотно-основные и координационные равновесия потенциометрическим методом.

– Определить состав и устойчивость комплексов кальция ОЭДФ.

Реактивы и оборудование

- Лабораторный (стационарный) рН-метр/иономер любой марки с инструкцией по эксплуатации,
- Стекланный электрод,
- Хлорсеребряный электрод сравнения (3,5 моль/л КСl),
- Магнитная мешалка,
- Раствор КСl с концентрацией 1,0 моль/л (фоновый электролит),
- Раствор ОЭДФ с концентрацией 0,01 моль/л,
- Раствор Са(II) с концентрацией 0,01 моль/л,
- Раствор КОН с концентрацией 0,1 моль/л.

Ход работы

Стандартизация раствора щелочи

- Заполнить бюретку раствором КОН (~0,1 моль/л).
- В колбу на 50 мл отобрать 1 мл стандартного раствора НСl (0,1 моль/л) и довести объем до 50 мл водой. Перелить этот раствор в химический стаканчик, погрузить электроды.
- Провести рН-метрическое титрование этого раствора раствором КОН с шагом 0,5 мл при непрерывном перемешивании, данные записать в таблицу.

Объем КОН, мл	рН
0	
0,2	
....	
....	
5,0	

Построить интегральную и дифференциальную кривую титрования. Рассчитать точную концентрацию раствора КОН.

Определение констант диссоциации ОЭДФ

- Заполнить бюретку раствором КОН (0,1 моль/л).

- В колбу на 50 мл отобрать 10 мл раствора ОЭДФ (0,01 моль/л), 5 мл раствора KCl (1,0 моль/л), довести объем до 50 мл водой. Перелить этот раствор в химический стаканчик, погрузить электроды.
- Провести рН-метрическое титрование этого раствора раствором КОН с шагом 0,2 мл при непрерывном перемешивании, данные занести в таблицу. Построить кривую титрования.

Объем КОН, мл	рН
0	
0,2	
....	
....	
5,0	

- Построить интегральную и дифференциальную кривую титрования. Рассчитать точную концентрацию раствора ОЭДФ.
- Рассчитать константы диссоциации ОЭДФ с использованием компьютерной программы Nurequad 2008. Заполнить таблицу.

Равновесие	Lgβ (эксп)
$L^{4+} + H^+ \leftrightarrow LH^{3+}$	
$L^{4+} + 2H^+ \leftrightarrow LH_2^{2+}$	
$L^{4+} + 3H^+ \leftrightarrow LH_3^{+}$	
$L^{4+} + 4H^+ \leftrightarrow LH_4$	

- Сопоставить полученные значения с литературными данными. Литературные данные для условий эксперимента (ионная сила 0,1 моль/л, температура 20-25°C) найти в Базе данных ИЮПАК.

Равновесие	рК (эксп)	рК (лит.)
$LH_4 \leftrightarrow LH_3^- + H^+$		
$LH_3^- \leftrightarrow LH_2^{2-} + H^+$		
$LH_2^{2-} \leftrightarrow LH^{3+} + H^+$		
$LH_3^- \leftrightarrow L^{4+} + H^+$		

- Построить диаграмму мольного распределения ионных форм ОЭДФ в зависимости от кислотности среды с использованием программы Hyss.
- Сделать общий вывод по работе.

*Определение констант устойчивости комплексов
Ca(II) с ОЭДФ*

– (1) В колбу на 50 мл отобрать 10 мл раствора ОЭДФ (0,01 моль/л), 10 мл раствора Ca(II) (0,01 моль/л), 5 мл раствора KCl (1,0 моль/л), довести объем до 50 мл водой. Перелить этот раствор в химический стаканчик, погрузить электроды.

– (2) В колбу на 50 мл отобрать 10 мл раствора ОЭДФ (0,01 моль/л), 20 мл раствора Ca(II) (0,01 моль/л), 5 мл раствора KCl (1,0 моль/л), довести объем до 50 мл водой. Перелить этот раствор в химический стаканчик, погрузить электроды.

– Провести рН-метрическое титрование полученных растворов раствором КОН с шагом 0,2 мл при непрерывном перемешивании, данные занести в таблицу. Построить кривую титрования, сопоставить с кривой титрования ОЭДФ в отсутствие Ca(II).

Объем КОН, мл	pH
0	
0,2	
....	
5,0	

– Рассчитать состав и устойчивость комплексов Ca(II) с ОЭДФ с использованием компьютерной программы Nupergquad 2008. При этом использовать ранее определенные значения констант диссоциации ОЭДФ как известные фиксированные величины. Возможный состав образующихся комплексов следующий: CaH₂L, CaHL⁻, CaL²⁻, Ca₂L.

– Сопоставить полученные значения с литературными данными. Литературные данные для условий эксперимента (ионная сила 0,1 моль/л, температура 20-25°C) найти в Базе данных ИЮПАК.

Равновесие	lgK (эксп)	lgK (лит.)
$Ca^{2+} + L^{4-} \leftrightarrow CaL^{2-}$		
$Ca^{2+} + H^+ + L^{4-} \leftrightarrow CaHL^-$		
$Ca^{2+} + 2H^+ + L^{4-} \leftrightarrow CaH_2L$		
$Ca^{2+} + HL^{3-} \leftrightarrow CaHL^-$		

$\text{Ca}^{2+} + \text{H}_2\text{L}^{2-} \leftrightarrow \text{CaH}_2\text{L}$		
$2\text{Ca}^{2+} + \text{L}^{4-} \leftrightarrow \text{Ca}_2\text{L}$		
$\text{CaL}^{2-} + \text{Ca}^{2+} \leftrightarrow \text{Ca}_2\text{L}$		

- Построить диаграмму мольного распределения комплексов в системе Ca(II)-ОЭДФ в зависимости от кислотности среды с использованием программы Hyss.
- Сделать выводы по всей работе.

Лабораторная работа

«Инверсионная вольтамперометрия: определение ртути в воде»

Определение тяжелых металлов в воде, почвах, пищевых продуктах на уровне ПДК требует современного оборудования с низкими пределами обнаружения. Одним из таких методов является инверсионная вольтамперометрия.

Определение тяжелых металлов в воде, почвах, пищевых продуктах и др. на уровне ПДК (таблица ниже) требует современного оборудования с низкими пределами обнаружения. Одним из таких методов является инверсионная вольтамперометрия (ИВА) с использованием твердых электродов. Определение тяжелых металлов данным методом состоит из:

- 1) стадия накопления (концентрирования) металла на поверхности рабочего электрода при потенциале ниже потенциала восстановления металла (обычно за счет реакции $Me^{n+} + n e^- \rightarrow Me$);
- 2) анодная развертки потенциала, приводящей к окислению накопленного металла;
- 3) очистка электрода (механическая, электрохимическая);
- 4) расшифровка полученной вольтамперограммы: определение потенциалов пиков (качественный анализ) и тока пиков (количественный анализ).

Предел обнаружения метода ИВА составляет $10^{-8} \dots 10^{-12}$ моль/л, что ниже ПДК тяжелых металлов в объектах окружающей среды. Существует большое количество специализированных анализаторов тяжелых металлов, основанных на методе ИВА, включая портативные модели, работающие в полевых условиях (Экотест-ВА, АВС 1.1, АВА и др.)

Источники загрязнения окружающей среды металлами делятся на природные (выветривание горных пород и минералов, вулканическая деятельность) и техногенные (сжигание топлива, работа транспорта, промышленная и сельскохозяйственная деятельность). ПДК наиболее распространенных тяжелых металлов в питьевой воде следующие.

Металл	ПДК, мг/л
Cu	1
Pb	0,03
Cd	0,001
Zn	1
Co	0,1
Ni	0,1
Hg	0,0005
Mn	0,1
As	0,05
Cr(VI)	0,05
Cr(III)	0,5
Fe	0,3
Ba	0,1
Sr	7,0
Sb	0,05

Для определения ртути используются компактные золотые электроды или пленочные золотые электроды, полученные осаждением на углеродную подложку ионов Au(II) (предварительно или *in situ*). С использованием золотых электродов (согласно ГОСТ Р 52180-2003 «Вода питьевая. Определение содержания элементов методом инверсионной вольтамперометрии») анализ ртути проводится при следующих условиях. Накопление при потенциале 0 В, начальный потенциал развертки 0 В, конечный потенциал +0,75 В, скорость 40-100 мВ/с, постоянноточковый режим. Фоновые электролиты 0,05М HNO₃+ 0,002М HCl (для *in situ* + 0,8 мг/л Au(III)) или 0, 1 М H₂SO₄, 0,004М HCl. Пик ртути +0,50 В (отн. AgCl/Ag). Диапазон определяемых концентраций 0,00005 – 0,0001 мг/л (погрешность 30%); 0,0001 – 0,001 мг/л (погрешность 25%); 0,001 – 0,01 мг/л (погрешность 20%).

Цель работы

- Познакомиться с методом инверсионной вольтамперометрии с использованием ртутного тонкопленочного электрода.
- Определить содержание ртути в загрязненной воде.

Реактивы и оборудование

- Вольтамперометрический анализатор (любая модель) или потенциостат- гальваностат (любая модель)
- Углеситалловый электрод (рабочий), платиновый электрод (вспомогательный), хлорсеребряный электрод сравнения.
- Стандартные растворы соли Hg(II) с концентрацией 100 мг/л
- Фоновый электролит (смесь $\text{HNO}_3 + \text{HCl}$).

Ход работы

Вольтамперометрия модельных растворов

- Ознакомиться с устройством, техническими характеристиками и правилами работы на потенциостате-гальваностате ИПС («Вольта»).



Потенциостат-гальваностат ИПС («Вольта»)

- Провести механическую очистку рабочего углеситаллового электрода пастой Al_2O_3 , ополоснуть дистиллированной водой.
- В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона и погрузить электроды. Записать анодную инверсионную вольтамперограмму (ИВА) фона, для чего выбрать следующие параметры регистрации (в режиме *Инверсионная вольтамперометрия*):
 - потенциал накопления – 200 мВ
 - время накопления 60 сек (при перемешивании с постоянной скоростью)

- время успокоения 10 с
 - амплитуда развертки от -200 мВ до +300 мВ
 - скорость развертки потенциала 20 мВ/с
 - потенциал очистки +1000 мВ
 - время очистки 60 с
- Внести в ячейку 5 мкл раствора соли Hg(II) с концентрацией 10 мг/л (раствор 1). Записать анодную ИВА. Идентифицировать пик.
- Проверить зависимость тока пика от концентрации Hg(II). Для этого добавлять к предыдущему раствору по 5 мкл растворов солей (растворы 2-5). Записать ИВА в идентичных условиях.
- Определить положение пиков на ИВА. Определить амплитуды пиков данные занести в таблицу.
- Построить график зависимости тока пика от концентрации Hg(II). Используя программу Excel (или аналогичные), определить параметры уравнения градуировочной прямой.

Раствор	Концентрация Hg(II), мг/л	E_p , В	I_p , мкА
Фон	0		
Раствор 1	0,001		
Раствор 2			
Раствор 3			
Раствор 4			
Раствор 5			
Проба воды			
Проба воды+ + станд. добавка)			

Определение ртути в воде

- Хорошо очистить рабочий электрод. Записать ИВА фонового электролита.
- В мерную колбу на 50 мл внести 10 мл исследуемой воды и довести объем раствора до метки фоновым электролитом.
- Перелить полученный раствор в химический стаканчик и записать ИВА. Идентифицировать пик и определить его амплитуду тока пиков (I_x).

- Определить содержание Hg(II) в анализируемой воде методом однократной стандартной добавки. Для этого внести по 20 мкл стандартного раствора Hg(II) с концентрацией 100 мг/л, записать ИВА и определить амплитуду полученного пика ($I_{x+доб}$).
- Рассчитать концентрацию Hg(II) в воде (в мг/л) по формуле: $C_x = C_{доб} \cdot (I_{x+доб} / I_x - 1)$. Указать погрешность определения, используя таблицу.
- Сопоставить полученные значения с ПДК ртути в питьевой воде.
- Сделать выводы по всей работе.

Лабораторная работа

«Исследование обратимости системы $Fe(CN)_6^{3-}/Fe(CN)_6^{4-}$ методом циклической вольтамперометрии»

Вольтамперометрия с циклической разверткой потенциала (циклическая вольтамерометрия, ЦВА) это метод анализа, при котором стационарный электрод поляризуется постоянным напряжением, линейно изменяющимся во времени сначала в прямом, а потом в обратном направлении. На основании зависимости потенциалов и амплитуд катодного и анодного пиков от скорости развертки потенциала, можно установить степень обратимости электродного процесса, рассчитать стандартную константу скорости переноса электрона, коэффициент переноса, стандартный электродный потенциал. ЦВА может быть также использована для изучения более сложных электрохимических процессов, включающих не только стадию переноса электрона, но и сопряженные с ней химические реакции.

Цель работы

- Познакомиться с методом циклической вольтамперометрии.
- Научиться определять характер электродного процесса (обратимый, квазиобратимый, необратимый) по данным ЦВА.

Реактивы и оборудование

- Раствор $K_4[Fe(CN)_6]$ с концентрацией 0,1 моль/л, (свеже-приготовленный).
- Раствор KCl с концентрацией 0,1 моль/л (фоновый электролит).
- Потенциостат-гальваностат любой модели.
- Electrodes: платиновый (рабочий), платиновый (вспомогательный), хлорсеребряный электрод сравнения (3,5 моль/л KCl)/

Ход работы

- Ознакомиться с устройством и правилами работы на потенциостате.
- Провести механическую очистку рабочего электрода, ополоснуть дистиллированной водой.
- В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона и погрузить электроды. Записать циклическую вольтамперограмму фона (ЦВА), для чего выбрать следующие параметры регистрации:
 - амплитуда развертки от -200 мВ до +500 мВ
 - скорость развертки потенциала 20 мВ/с
- К фоновому раствору добавить 0,5 мл исходного раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ и записать ЦВА в идентичных условиях.
- Аналогично записать ЦВА при последовательном добавлении к этому же раствору по 0,5 мл раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ (три добавки)
- Определить положение катодного (E_{pc}) и анодного пиков (E_{pa}) на ЦВА. Определить амплитуды катодного (I_{pc}) и анодного пиков (I_{pa}). Данные занести таблицу.

Концентрация $K_4[Fe(CN)_6]$, моль/л	E_{pa} , мВ	E_{pc} , мВ	I_{pa} , мА	I_{pc} , мА

- Построить график зависимости тока пиков от концентрации $K_4[Fe(CN)_6]$. Определить параметры уравнения градуировочной прямой.

– Для последнего раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ записать ЦВА при различной скорости развертки потенциала. Определить положение и амплитуду катодного и анодного пиков на ЦВА. Данные занести в таблицу.

V, мВ/с	$E_{pa}, мВ$	$E_{pc}, мВ$	$I_{pa}, мА$	$I_{pc}, мА$
10				
20				
40				
80				
160				
320				

- Построить график зависимости E_{pa} и E_{pc} от V. Сделать вывод.
- Построить график зависимости $\Delta E_p = E_{pa} - E_{pc}$ от V. Сделать вывод.
- Построить график зависимости $\lg I_{pa}$ и $\lg I_{pc}$ от $\lg V$. Сделать вывод.
- Построить график зависимости I_{pa}/I_{pc} от V. Сделать вывод.
- По совокупности полученных данных сделать вывод относительно электрохимической обратимости процесса $Fe(CN)_6^{3-} + e^- \leftrightarrow Fe(CN)_6^{4-}$ (необратимый, квазиобратимый, обратимый).
- Рассчитать формальный электродный потенциал системы $Fe(CN)_6^{3-}/Fe(CN)_6^{4-}$ по формуле $E^{\circ'} = (E_{pc} + E_{pa})/2$ (среднее значение для всех V) относительно хлорсеребряного электрода и относительно стандартного водородного электрода.
- Сопоставить полученное значение $E^{\circ'}$ со стандартным электродным потенциалом E° системы $Fe(CN)_6^{3-}/Fe(CN)_6^{4-}$ (справочные данные).
- Сделать выводы по всей работе.

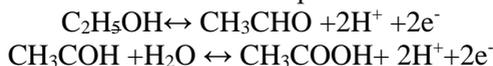
Лабораторная работа

«Электрокатализ: окисление этанола на химически модифицированных электродах»

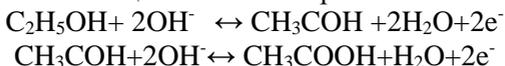
Электрохимическое окисление спиртов лежит в основе работы спиртовых топливных элементов и электрохимических

алкотестеров. Основными первичными продуктами электрохимического окисления этанола являются ацетальдегид и уксусная кислота:

в кислом электролите:

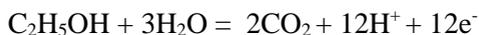


в щелочном электролите:

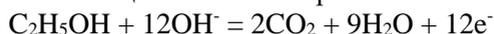


Полное окисление этанола при работе этанольного топливного приводит к образованию углекислого газа:

в кислом электролите:



в щелочном электролите:



Одним из важнейших способов повышение эффективности анодной реакции окисления спирта является использование катализаторов, в качестве которых наибольшую эффективность проявляют металлы платиновой группы. Наиболее часто используется чистая платина, большим недостатком которой является высокая стоимость и быстрое отравление адсорбирующимися промежуточными продуктами окисления этанола (СО и др.). В связи с этим, ведется активная работа по созданию платиновых полиметаллических бинарных (Pt/M) и тройных (Pt/M/M') катализаторов (Ru, Pd, Os, Ir, Sn, Bi, W, Mo, Ni, Co), а также не платиновых катализаторов (Ru/M, Pd/M). Для получения электрокатализаторов используются различные методы: 1) напыление металла на поверхность электрода; 2) формирование электрода из мелкодисперсных порошков металлов; 3) термическое разложение соединений металлов; 4) химическое восстановление металлов из их соединений; 5) *электрохимическое восстановление металла*. Высокая удельная активность достигается за счет небольшого размера металлических наночастиц (5–100 нм), удельная поверхность которых составляет 10–100 м²/г. В качестве носителя металлического катализатора в основном используется

высокодисперсные и наноструктурированные (нанотрубки, нановолокна) углеродные носители, а также некоторые инертные металлы.

Цель работы

- Доказать каталитический эффект мелкодисперсной платины на электроокисление этанола
- Определить содержание этанола в алкогольном напитке.

Реактивы и оборудование

- Фоновый электролит (0,1 моль/л H_2SO_4),
- Раствор H_2PtCl_6 ,
- Потенциостат-гальваностат (любая модель),
- Электроды: титановый (рабочий), платиновый (вспомогательный), хлорсеребряный электрод сравнения (3,5 моль/л KCl).

Ход работы

Окисление этанола на титановом электроде

- Ознакомиться с устройством и правилами работы на потенциостате.
- Провести механическую очистку титанового электрода, ополоснуть дистиллированной водой.
- В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона и погрузить электроды (рабочий- титановый, вспомогательный- платиновый, сравнения- ХСЭ) Записать циклическую вольт-амперограмму фона (в режиме Циклическая вольтамперометрия, ЦВА), для чего выбрать следующие параметры регистрации:
 - амплитуда развертки (от 0 В до +1,5 В),
 - скорость развертки потенциала (20 мВ/с).
- К фоновому раствору добавить 0,2 мл этанола записать ЦВА в идентичных условиях.
- Аналогично записать ЦВА при последовательном добавлении к этому же раствору по 0,2 мл этанола до общего объема 1 мл..
- Определить (при наличии) положение анодного пика/пиков (E_{pa}) на ЦВА. Определить амплитуды анодного пика/пиков (I_{pa}).

*Окисление этанола на платинированном
титановом электроде*

– Для электрохимического получения на поверхности титана платиновой черни, погрузить титановый электрод в раствор H_2PtCl_6 и провести осаждение платины в гальваностатическом режиме при силе тока 5-10 мА в течении 10-20 мин. Извлечь электрод и ополоснуть его водой. Как изменился внешний вид электрода?

– В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона и погрузить электроды (рабочий- платинированный титановый Pt/Ti, вспомогательный- платиновый, сравнения- ХСЭ). Записать циклическую вольтамперограмму фона (ЦВА), для чего выбрать следующие параметры регистрации:

- амплитуда развертки (от 0 В до +1,5 В),
- скорость развертки потенциала (20 мВ/с).

ЦВА полученного электрода кардинально отличается от ЦВА титанового электрода. На ЦВА платинированного электрода наблюдаются характерные пики окисления/восстановления связанного водорода и пики образования поверхностного оксида платины, а на катодной ветви– соответствующий пик восстановления.

– Аналогично проведенному ранее опыту, записать ЦВА при последовательном добавлении к фоновому электролиту по 0,2 мл этанола до общего объема 1 мл. В присутствии этанола в среде кислого электролитов наблюдаются два пика окисления $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$: до CH_3COH , далее до CH_3COOH и (частично) до CO и CO_2 . При катодной развертке потенциала наблюдаются токи восстановления, а также характерные пики окисления промежуточных продуктов окисления этанола (с разрывом С-С связи), катализируемое адсорбированными молекулами CO .

– Определить положение (E_{pa}) и амплитуду анодных пиков (I_{pa}) на ЦВА. Данные занести таблицу.

Объем этанола, мл	Конц. этанола (об. %)	$E_{pa}, \text{мВ}$ (1)	$I_{pa}, \text{мА}$ (1)	$E_{pa}, \text{мВ}$ (2)	$I_{pc}, \text{мА}$ (2)
0					
0,2					

0,4					
0,6					
0,8					
1,0					

– Построить график зависимости тока пиков от концентрации этанола для обоих электродов. Сделать вывод. Как проявляется электрокаталитическое действие платины на процесс окисления этанола? Каков предполагаемый механизм электрокатализа?

Определение содержания этанола в алкогольных напитках

– В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона и погрузить электроды (рабочий- платинированный титановый Pt/Ti, вспомогательный- платиновый, сравнения- ХСЭ). Записать циклическую вольтамперограмму фона (ЦВА).

– Добавить к фоновому электролиту от 1 мл алкогольного напитка (водка) и записать ЦВА в аналогичных условиях. Объем напитка выбрать так, чтобы ток пика окисления этанола находился в пределах ранее построенной градуировочной кривой.

–Используя ранее построенную градуировочную кривую, определить содержание этанола в водке (в об. %). Сравнить полученное значение с информацией, приведенной производителем.

– Сделать выводы по всей работе.

Лабораторная работа

«Вольтамперометрическое определение углеводов с использованием медного электрода»

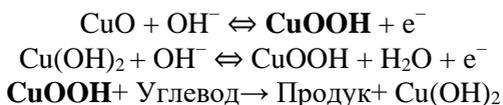
Электроды на основе меди и ее оксидов в форме компактного металла, наночастиц, композитных материалов и пр. были использованы для определения моносахаридов (глюкоза, фруктоза, галактоза, арабиноза) и дисахаридов (сахароза, ксилоза, лактоза) в различных объектах, включая продукты питания. Способность углеводов к окислению на медных электродах используется в устройствах типа «электронный язык» и в амперометрических

детекторах для ВЭЖХ и капиллярного электрофореза. Глюкоза легко окисляется на медных электродах в щелочной среде по свободной альдегидной группе с образованием глюконовой кислоты. При длительном электролизе могут образовываться продукты более глубокого окисления- глюкуроновая кислота, глюкаровая кислота (сахарная кислота), гликолевая кислота, муравьиная кислота. Хотя в составе фруктозы отсутствует альдегидная группа, однако, в щелочной среде происходит изомеризация фруктозы в глюкозу, благодаря чему фруктоза также способна к электрохимическому окислению.

На циклической вольтамперограмме меди в щелочной среде в ходе анодной развертки от -1,0 В до +1,0 В наблюдаются четыре пика окисления меди, связанные с последовательными переходами $\text{Cu}(0) \rightarrow \text{Cu}(I)$, $\text{Cu}(I) \rightarrow \text{Cu}(II)$ и $\text{Cu}(II) \rightarrow \text{Cu}(III)$, отнесение которых представлено в таблице.

Е, мВ (отн. ХСЭ)	Электродный процесс
-440....-390	$2\text{Cu} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Cu}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^-$ $\text{Cu} + \text{OH}^- \rightarrow \text{Cu}(\text{OH}) + \text{e}^-$ $2\text{Cu}(\text{OH}) \rightleftharpoons \text{Cu}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O}$
-180....-70	$\text{Cu}_2\text{O} + 2\text{OH}^- \rightarrow 2\text{CuO} + \text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^-$ $\text{Cu}_2\text{O} + 2\text{OH}^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Cu}(\text{OH})_2 + 2\text{e}^-$ $\text{Cu} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2 + 2\text{e}^-$ $\text{Cu}(\text{OH})_2 \rightleftharpoons \text{CuO} + \text{H}_2\text{O}$
0....+60	$\text{Cu}_2\text{O} + 6\text{OH}^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Cu}(\text{OH})_4^{2-} + 2\text{e}^-$ $\text{Cu} + 4\text{OH}^- \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_4^{2-} + 2\text{e}^-$ $\text{Cu}(\text{OH})_4^{2-} \rightleftharpoons \text{Cu}(\text{OH})_2 + 2\text{OH}^-$ $\text{Cu} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{HCuO}_2^- + \text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^-$
+600....+700	$\text{Cu}(\text{OH})_2 + 2\text{OH}^- \rightleftharpoons \text{CuO}_2^- + 2\text{H}_2\text{O} + \text{e}^-$ $2\text{CuO} + 2\text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Cu}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{e}^-$ $\text{Cu}(\text{OH})_2 + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{CuOOH} + \text{H}_2\text{O} + \text{e}^-$ $\text{CuO} + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{CuOOH} + \text{e}^-$

Катализатором в переносе электронов в случае электроокисления углеводов являются соединения $\text{Cu}(III)$. Для объяснения участия $\text{Cu}(III)$ в окислении углеводов была предложена следующая последовательность реакций:



Цель работы

- Изучить каталитическое окисление глюкозы на медном электроде.
- Определить содержание углеводов в соке.

Реактивы и оборудование

- Фоновый электролит (KOH (0,5 моль/л),
- Потенциостат-гальваностат (любая модель),
- Электроды: медный (рабочий), платиновый (вспомогательный), хлорсеребряный электрод сравнения (3,5 моль/л KCl),
- Раствор глюкозы 10% (свежеприготовленный). Растворить 0,5 г глюкозы в 4,5 г воды)

Ход работы

Электрохимическое поведение меди в щелочном электролите

- Ознакомиться с устройством и правилами работы на потенциостате.
- Провести механическую очистку медного электрода до зеркального блеска, ополоснуть дистиллированной водой.
- В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона (0,5 моль/дм³ KOH) и погрузить электроды (рабочий-медный, вспомогательный- платиновый, сравнения- ХСЭ).
- Записать циклическую вольтамперограмму (ЦВА) медного электрода, для чего выбрать следующие параметры регистрации:
 - амплитуда развертки: от -1000 мВ до +1000 мВ
 - скорость развертки потенциала: 20 мВ/с.
- Идентифицировать анодные и катодные пики, заполнить таблицу.

Положение пика E _p , мВ	Электродный процесс

Окисление глюкозы на медном электроде

- Провести механическую очистку (шкурка) медного электрода до зеркального блеска, ополоснуть дистиллированной водой.
- В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона (0,5 моль/л КОН) и погрузить электроды (рабочий-медный, вспомогательный- платиновый, сравнения- ХСЭ).
- Записать циклическую вольтамперограмму (ЦВА) медного электрода в фоновом электролите.
- Записать ЦВА при последовательном добавлении к фоновому электролиту по 0,2 мл раствора глюкозы (до общего объема 1 мл).
- Определить положение анодного пика окисления глюкозы (E_{pa}) на ЦВА. Определить амплитуду анодного пика (I_{pa}). Данные занести таблицу.

Объем глюкозы, мл	Конц. глюкозы (мас. %)	E_{pa} , мВ	I_{pa} , мА
0			
0,2			
0,4			
0,6			
0,8			
1,0			

- Написать уравнение реакции электрохимического окисления глюкозы до глюконовой кислоты.
- Построить график зависимости тока пика от концентрации глюкозы.

Определение содержания углеводов в соках

Сок – жидкий пищевой продукт, полученный в результате отжима съедобных спелых плодов овощных или фруктовых культур. Наиболее распространены соки, выжатые из съедобных плодов доброкачественных, спелых фруктов и овощей. Соки делят на три вида:

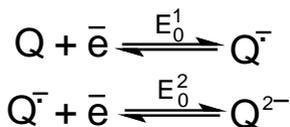
- свежавыжатый (свежеотжатый) сок. Сок, который производят в присутствии потребителей с помощью ручной или механической обработки плодов или других частей растений;
 - сок прямого отжима. Это сок, изготовленный из доброкачественных спелых фруктов и овощей, прошедший пастеризацию и разлитый в асептические пакеты или стеклянную тару.
 - восстановленный сок. Это сок, произведенный из концентрированного сока и питьевой воды, который поступает в продажу в асептической упаковке.
- Очистить медный электрод.
 - В электрохимическую ячейку поместить 50 мл раствора фона и погрузить электроды. Записать ЦВА (условия прежние).
 - Добавить к фоновому электролиту 0,2-0,5 мл исследуемого сока (100% виноградный, яблочный, апельсиновый и пр.) и записать ЦВА в аналогичных условиях. Объем сока выбрать так, чтобы ток пика окисления углеводов находился в пределах ранее построенной градуировочной кривой. Наблюдаемый пик окисления связан с окислением всех углеводов, содержащихся в соке (глюкоза, фруктоза, сахароза).
 - Используя ранее построенную градуировочную кривую, определить содержание углеводов в соке (в мас. %). Сравнить полученное значение с информацией, приведенной производителем сока (содержание углеводов в соке в г на 100 г или 100 мл сока).
 - Сделать выводы по всей работе.

Лабораторная работа

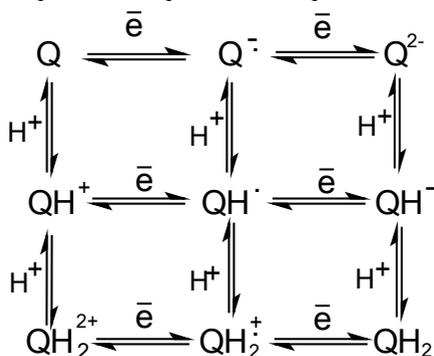
«Неводные растворители в электрохимии: восстановление хинонов

Электрохимическое поведение хинонов обусловлено наличием в их составе двух карбонильных групп и легкостью перехода в ароматическое соединение. В отсутствие доноров протонов (апротонные растворители или водные сильнощелочные растворы) восстановление хинонов протекает по наиболее простому механизму, включающему только две последовательные стадии электронного переноса (ЕЕ-механизм). Присоединение одного электрона к молекуле хинона приводит к образованию анион-

радикала, который после присоединения еще одного электрона превращается в дианион. В этих условиях восстановление хинонов протекает обратимо или почти обратимо.



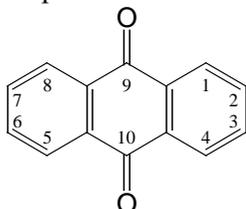
В присутствии доноров протонов (протолитические растворители или добавки кислот к апротонным растворителям) двухэлектронное восстановление хинонов осложняется сопряженными химическими реакциями, (ЕСЕС, СЕСЕ, ЕЕСС- механизмы). Порядок протекания отдельных стадий может быть различным, в зависимости от природы хинона, концентрации ионов водорода в среде, материала электрода.



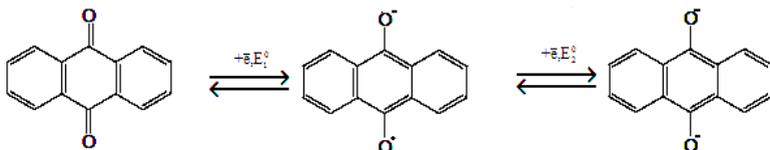
На вольтамперограммах хинонов в апротонных растворителях появляются две одноэлектронные волны, первая из которых соответствует восстановлению до анион-радикала, а вторая – до дианиона гидрохинона. В большинстве случаев при введении в раствор веществ, обладающих слабовыраженными протондонорными свойствами, вторая волна восстановления хинонов смещается в анодную область и по достижении определенной концентрации протонов сливается с первой, что обусловлено протонированием дианиона хинона Q^{2-} . В присутствии более сильных доноров протона возможно протонирование и анион-радикала Q^- с переходом в нейтральные радикалы QH^\cdot , восстанавливающихся при потенциа-

лах более положительных, чем анион-радикалы. В этом случае добавка доноров протонов может привести в итоге к одной двухэлектронной волне.

9,10-Антрахинон, который обычно называют просто антрахиноном, является наиболее распространенным представителем антрахинонов, существующих в природе; они найдены в грибах, лишайниках, растениях, насекомых и морских лилиях.



Природные гидроксиантрахиноны с древнейших времен имели огромное значение как красители, среди которых выделялся ализарин (1,2-дигидрокси-9,10-антрахинон). Антрахинон применяется в основном для синтеза антрахиноновых красителей, представляющих собой его amino- и оксипроизводные. Антрахиноновые красители – одни из наиболее обширных химических классов красителей, отличающихся высокой устойчивостью окрасок. В апротонных растворителях восстановление антрахинона происходит по ЕЕ-механизму:



Потенциалы полуволн восстановления антрахинона в некоторых апротонных растворителях по данным различных авторов приведены в таблице.

E^0_1 , В (отн.НКЭ)	E^0_2 , В (отн.НКЭ)
-0,83 (ДМФА)	-1,46(ДМФА)
-0,98(ДМФА)	-1,74(ДМФА)
-0,89 (ДМФА)	-1,55 (ДМФА)
-0.78 (ДМСО)	-1,45 (ДМСО)
-0,94 (Ацетонитрил)	-1,45(Ацетонитрил)

Цель работы

- Исследовать процесс электрохимического восстановления антрахинона в диполярном апротонном растворителе методом циклической вольтамперометрии (ЦВА).
- Изучить влияние на этот процесс протонодонорных добавок.

Реактивы и оборудование

- Диметилсульфоксид (ДМСО),
- Фоновый электролит $(\text{CH}_3)_4\text{NCl}$ в ДМСО с концентрацией 0,05 моль/л,
- Антрахинон $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{O}_2$ (крист.),
- Уксусная кислота (лед),
- Потенциостат-гальваностат любой модели
- Electrodes: платиновый (рабочий), платиновый (вспомогательный), хлорсеребряный электрод сравнения (3,5 моль/л KCl).

Ход работы

Восстановление антрахинона в ДМСО

- Ознакомиться с устройством и правилами работы на потенциостате.
- Провести механическую очистку рабочего электрода, ополоснуть дистиллированной водой.
- В электрохимическую ячейку поместить 20 мл раствора фона и погрузить электроды. Записать циклическую вольтамперограмму (ЦВА) фона, для чего выбрать следующие параметры регистрации:
 - амплитуда развертки (от 0 В до -1,8 В и обратно)
 - скорость развертки потенциала 20 мВ/с.
- К фоновому раствору добавить навеску кристаллического антрахинона ($M=208$ г/моль) так, чтобы его концентрация составила примерно 5 ммоль/л. Растворить антрахинон.
- Записать ЦВА антрахинона в идентичных с фоном условиях. Как выглядит полученная ЦВА? О чем это свидетельствует?
- Определить положение двух катодных (E_{pc1} и E_{pc2}) и двух анодных (E_{pa1} и E_{pa2}) пиков на ЦВА. Данные занести в таблицу.

$E_{pc1}, \text{мВ}$	$E_{pc2}, \text{мВ}$	$E_{pa1}, \text{мВ}$	$E_{pa2}, \text{мВ}$	$E^0_1, \text{мВ}$	$E^0_2, \text{мВ}$

– Рассчитать стандартные электродные потенциалы ступенчатого восстановления антрахинона по формуле: $E^0 = \frac{E_{pc} + E_{pa}}{2}$.

Данные занести в таблицу.

– Сравнить полученные значения с литературными данными.

Влияние протонодонорных добавок на восстановление антрахинона в ДМСО

– Записать ЦВА антрахинонов в ДМСО в присутствии различных количеств добавленной уксусной кислоты. Для этого в раствор вносить последовательно с помощью микропипетки по 10 мкл, ледяной уксусной кислоты и записывать получающиеся в ходе добавок ЦВА.

– Описать происходящие изменение вида ЦВА при добавлении уксусной кислоты. О чем это свидетельствует?

– Сделать предположение о механизме восстановления антрахинона в ДМСО в присутствии уксусной кислоты.

– Сделать выводы по всей работе.

ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ

ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ

При решении задач, если не оговорено иначе, считать:

- коэффициенты активности ионов равными 1,
- крутизну электродной функции равной теоретической,
- температуру 25°C.

Коэффициент селективности

1. Рассчитайте концентрацию хлорид-ионов при которых погрешность определения 10^{-4} М нитрат-ионов с помощью $\text{NO}_3\text{-ИСЭ}$ не превышает:

а) 1,0%, б) 10,0%. Коэффициент селективности $K_{\text{NO}_3/\text{Cl}} = 0,006$.

2. Фторид-селективный электрод имеет коэффициент селективности к ионам OH^- равный 0,1. Вычислить максимальное значение pH для раствора с концентрацией F^- ионов равной 10^{-4} моль/л, при котором смещение потенциала данного ионоселективного электрода за счет присутствия гидроксид-ионов не превышает 1 мВ.
3. Потенциал (при 25°C) натрий-селективного электрода при $\text{pH}=8$ в растворе 10^{-3} М NaCl составляет -38 мВ. Как и почему изменится потенциал этого электрода в растворе 10^{-3} М NaCl при $\text{pH}=2$? Коэффициент селективности $K_{\text{Na}/\text{H}}=36$.
4. Коэффициент селективности калий-селективного электрода к ионам натрия равен 0,01. Какова может быть максимальная концентрация иона натрия для того, чтобы погрешность определения калия в сыворотке крови ионов (концентрацией $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л) не превышала 10%? Мешают ли ионы натрия, содержание которых в сыворотке крови составляет $1,4 \cdot 10^{-1}$ моль/л определению калия?
5. В растворе CaCl_2 (0,001 моль/л) потенциал электрода составляет -20,1 мВ, а в растворе CaCl_2 (0,001 моль/л) и NaCl (0,1 моль/л) потенциал равен -19,8 мВ. Рассчитайте потенциометрический коэффициент селективности $K_{\text{Ca}/\text{Na}}$.
6. Нитрат-селективный электрод имеет коэффициент селективности к хлорид-ионам равный $6 \cdot 10^{-3}$. При какой концентрации хлорид-ионов погрешность определения нитрат-ионов в воде с концентрацией нитрат-ионов равной 62 мг/л не превышает 5%?
7. Как и почему изменяется потенциал фторид-селективного электрода в растворе NaF с концентрацией 10^{-4} моль/л при изменении pH в диапазоне от 1 до 13? А в растворе 10^{-2} моль/л NaF? Изобразите график зависимости потенциала F^- -ИСЭ от pH для 10^{-4} моль/л NaF и 10^{-2} моль/л NaF и укажите значения pH, при которых можно использовать F^- -ИСЭ для определения концентрации фторид-ионов в этих растворах. Коэффициент селективности $K_{\text{F}/\text{OH}}=0,1$. Константа диссоциации $\text{p}K_{\text{HF}}=3,2$.
8. Коэффициент селективности стеклянного электрода к ионам натрия равен 10^{-12} . Какова может быть максимальная концентрация иона натрия в растворе (в моль/л) для того, чтобы погрешность определения активности иона водорода в растворе с $\text{pH}=10$ не превышала 5 %?

9. Рассчитайте коэффициент селективности $K_{Na/Ca}$ натрий селективного электрода по следующим данным:

C NaCl, моль/л	CaCl ₂ , моль/л	E, мВ
10 ⁻³	-	122
10 ⁻³	10 ⁻³	142

Прямая потенциометрия: метод градуировочной кривой

1. Для определения содержания нитратов в продукции растениеводства был измерен потенциал нитрат-селективного электрода с пленочной мембраной в стандартных растворах нитрата калия на фоне 1% алюмокалиевых квасцов. Полученные данные представлены в таблице:

pNO ₃ [моль/л]	E, мВ
1,0	352
2,0	400
3,0	447
4,0	470
5,0	490

Для анализа 10 г измельченного свежего огурца (из теплицы) поместили в коническую колбу, прилили 50 мл 1% раствора алюмокалиевых квасцов и встряхивали в течение 5 минут. Потенциал нитрат- селективного электрода в полученном экстракте составил 428 мВ. Рассчитать содержание нитратов в огурце, выразив его в мг NO₃⁻ на кг продукта. Сравнить полученное значение с предельно допустимой концентрацией нитратов в тепличных огурцах (ПДК= 400 мг/кг) и сделать вывод.

2. Для определения содержания хлоридов в почве был измерен потенциал хлорид- селективного электрода с твердой мембраной в стандартных растворах хлорида калия. Полученные данные представлены в таблице:

pCl [моль/л]	E, мВ
1,0	35
2,0	84

3,0	136
4,0	190
5,0	223

Для анализа 30 г пробы воздушно-сухой почвы поместили в коническую колбу, прилили 150 мл дистиллированной воды и встряхивали в течение 5 минут. Потенциал хлорид-селективного электрода в полученной вытяжке составил 178 мВ. Рассчитать содержание хлоридов в почве, выразив его в мг Cl⁻ на 100 г почвы и в % по массе. На основании таблицы (ниже) сделать вывод о степени засоленности грунта.

Тип почвы	Массовая доля Cl ⁻ , %
Незасоленная	<0,01
Слабо засоленная	0,01 –0,05
Средне засоленная	0,05 –0,10
Сильно засоленная	0,10–0,20
Солончак	>0, 2

3. Для определения содержания кадмия в сточных водах был измерен потенциал кадмий селективного электрода с твердой мембраной в стандартных растворах нитрата кадмия. Полученные данные представлены в таблице:

pCd [моль/л]	E, мВ
1,0	-82
2,0	-110
3,0	-134
4,0	-156
5,0	-185

Потенциал кадмий-селективного электрода пробе в исследуемой воды составил -140 мВ. Рассчитать содержание кадмия в воде, выразив его в мкг Cd на литр воды. Сравнить полученное значение с предельно допустимой концентрацией кадмия в сточных водах,

отводимых в систему коммунальной канализации (180 мкг/л) и сделать вывод.

4. Для определения содержания свинца в типографской продукции был измерен потенциал свинец-селективного электрода с твердой мембраной в стандартных растворах нитрата свинца. Полученные данные представлены в таблице:

pPb [моль/л]	E, мВ
2,0	-150
3,0	-182
4,0	-211
5,0	-218
6,0	-222

Для анализа была взята газетная вырезка площадью 200 мл. После ее соответствующей обработки была получена вытяжка объемом 50 мл. Потенциал свинец-селективного электрода в этой вытяжке составил -195 мВ. Рассчитать содержание свинца в бумаге, выразив его в мг Pb на см² бумаги.

5. Для определения содержания кальция в воде был измерен потенциал кальций-селективного электрода в стандартных растворах хлорида кальция. Полученные данные представлены в таблице:

pCa [ммоль-экв/л]	E, мВ
1,0	+77
2,0	+51
3,0	+25
4,0	-2

Потенциал кальций-селективного электрода в пробе исследуемой воды составил +40 мВ. Рассчитать кальциевую жесткость воды, выразив ее в ммоль-экв/л. К какому типу по уровню жесткости относится эта вода (мягкая, средняя, жесткая)?

Жесткость воды выражается как молярная концентрация эквивалента Ca²⁺ и Mg²⁺, т. е. в ммоль/л (ранее использовались

обозначения мг-экв/л, ммоль-экв/л). В России принята шкала градусов жесткости, согласно которой 1°Ж соответствует 1 ммоль-экв/л Ca^{2+} и Mg^{2+} (20 мг/л Ca^{2+} или 12 мг/л и Mg^{2+}).

Вода	Жесткость, ммоль-экв/л
очень мягкая	до 1,5
мягкая	от 1,5 до 4
средней жесткости	от 4 до 8
жесткая	от 8 до 12
очень жесткая	более 12

6. Потенциал кальций-селективного электрода при 25°C и постоянной ионной силе в стандартных растворах солей $\text{Ca}(\text{II})$ приведен в таблице:

Концентрация Ca^{2+} , моль/л	E, мВ
10^{-5}	-75
10^{-4}	-46
10^{-3}	-19
10^{-2}	+10
10^{-1}	+38

Определите крутизну электродной функции этого электрода. На сколько (в %) она отличается от теоретического значения? Потенциал кальций-селективного электрода в исследуемом растворе равен -30 мВ. Определить концентрацию этого раствора.

7. Ферментный электрод на пенициллин (пенициллаза, иммобилизованная в полиакриламидном геле на поверхности стеклянного электрода) был откалиброван по стандартным растворам пенициллина. Полученные значения потенциала приведены в таблице:

Пенициллин, моль/л	E, мВ
10^{-2}	220
$2 \cdot 10^{-2}$	204
10^{-3}	140

$2 \cdot 10^{-3}$	153
10^{-4}	135
$2 \cdot 10^{-4}$	96

Определите концентрацию пенициллина в образце, в котором измеренное значение потенциала электрода составляет 142 мВ.

8. Аммиак- селективный газовый электрод был откалиброван (при 25°C) по стандартным растворам соли NH_4^+ с добавлением 1М NaOH. Полученные значения потенциала приведены в таблице:

NH_3 , моль/л	E, мВ
10^{-5}	268
$5 \cdot 10^{-5}$	310
10^{-4}	327
$5 \cdot 10^{-4}$	368
10^{-3}	386
$5 \cdot 10^{-3}$	428

Для определения азота в биологическом образце, навеску массой 31,2 мг окислили по методу Кьельдаля, при этом весь азот был переведен в NH_4^+ и полученный раствор разбавили до 0,1 л. Потенциал аммиак-селективного электрода в полученном растворе (после добавления 1 моль/л NaOH) составил 339 мВ. Определите содержание азота (в %) в образце.

Прямая потенциометрия: метод добавок

1. Для измерения концентрации фторид-ионов в чае используют фторид-ИСЭ. При погружении электрода в раствор, содержащий 25 мл чая и 25 мл буферного раствора потенциал электрода составил 98 мВ. После добавления к этому раствору 2 мл раствора фторид ионов с концентрацией 100 млн^{-1} (миллионная доля) потенциал составил 73 мВ. Определите концентрацию фторид-ионов в чае (в млн^{-1}).

2. Для определения фторид-ионов в минеральной воде к пробе воды объемом 100 мл добавили 1 мл стандартного 10^{-2} моль/л раствора NaF, после чего потенциал F- селективного электрода уменьшился на 16 мВ. Рассчитать содержание F--ионов в анализируемой пробе в мг/л.

3. Для определения содержания сероводорода в табачном дыме, дым пропускали через водный раствор гидроксида натрия и в полученном растворе определяли концентрацию сульфид-ионов с помощью сульфид-селективного электрода. Потенциал электрода в полученном растворе объемом 25 мл составил 47 мВ. При добавлении к нему 1 мл стандартного раствора Na_2S с концентрацией $1,8 \cdot 10^{-3}$ моль/л потенциал стал 41 мВ. Определить концентрацию сульфид-ионов в растворе.

4. Потенциал кальций-селективного электрода в стандартном растворе $\text{Ca}(\text{II})$ с концентрацией 0,1 ммоль/л при 25°C составляет 200 мВ. В исследуемой воде потенциал этого электрода составил 259 мВ. Определите концентрацию ионов $\text{Ca}(\text{II})$ в воде в ммоль/л и мг/л.

5. Для определения концентрации ионов $\text{Cu}(\text{II})$ в воде с помощью медь-селективного электрода использовали метод многократных стандартных добавок. Для этого к исследуемому раствору объемом 50 мл добавляли раствор CuSO_4 с концентрацией 0,1 моль/л и фиксировали потенциал электрода. Полученные результаты представлены в таблице:

Объем CuSO_4 , мл	E, мВ
1	99,8
2	102,5
3	104,6
4	106,3
5	107,9

Определите концентрацию $\text{Cu}(\text{II})$ в исходном растворе методом Грана.

6. Для определения фторид-ионов в водопроводной воде к пробе воды объемом 25 мл добавили стандартный раствор NaF , содержащий $100 \text{ мл}^{-1} \text{ F}^-$ (100 ppm F^-). Полученные результаты представлены в таблице:

Объем NaF, мл	E, мВ
0	-79
1	-119
2	-133
3	-142
4	-149
5	-154

Рассчитать содержание F⁻-ионов в анализируемой воде (в млн⁻¹).

7. Потенциал фторид-селективного электрода (при 25°C) в питьевой воде на 40 мВ больше, чем во фторированной воде с содержанием фторид-ионов 1 мг/л (рекомендованный ВОЗ уровень). Чему равна концентрация фторид-ионов в питьевой воде?

Потенциометрическое титрование

1. При титровании 5 мл раствора соляной кислоты раствором гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/л были получены следующие данные (таблица ниже). Рассчитать молярную концентрацию HCl в растворе. Какой индикаторный электрод был использован для этого титрования?

V (NaOH), мл	pH
0	1,86
1,0	1,87
2,0	1,92
3,0	1,97
4,0	2,03
5,0	2,11
6,0	2,20
7,0	2,32
8,0	2,47
9,0	2,71
10,0	3,26
10,2	3,59
10,4	5,57
10,6	9,60
10,8	10,53
11,0	10,82
12,0	11,38

2. Для определения содержания ЭДТА в растворе 50 мл этого раствора оттитровали стандартным раствором CuSO_4 с концентрацией 0,01 моль/л, измеряя в ходе титрования потенциал медь-селективного электрода.

$V(\text{CuSO}_4)$, мл	E, мВ
1,0	92,1
2,0	96,0
3,0	99,7
4,0	104,2
4,2	105,4
4,4	107,5
4,6	109,0
4,8	113,0
5,0	192,1
5,2	196,2
5,4	200,6
5,6	205,5
5,8	209,5
6,0	211,8
7,0	220,1
8,0	225,5
9,0	229,0

Определить концентрацию ЭДТА в растворе в моль/л и г/л.

3. При титровании 20 мл раствора, содержащего VO_2^+ и FeSO_4 раствором KMnO_4 (0,1н) были получены следующие данные (таблица ниже). Рассчитать концентрацию VO_2^+ и FeSO_4 в растворе. Какой индикаторный электрод можно использовать для этого титрования?

$V(\text{KMnO}_4)$, мл	E, мВ
0	400
3,0	470
3,5	490
4,0	520

4,5	690
5,0	710
13,0	800
13,5	810
14,0	830
14,5	900
15,0	1110
16,0	1130
16,5	1140

4. При титровании 20 мл раствора, содержащего NH_4VO_3 раствором FeSO_4 (0,1н) были получены следующие данные (таблица ниже). Рассчитать концентрацию NH_4VO_3 в растворе. Какой индикаторный электрод можно использовать для этого титрования?

V (FeSO_4), мл	E, мВ
10,0	730
13,0	700
13,5	680
14,0	650
14,5	550
15,0	500
15,5	480
16,0	470
16,0	1130
16,5	1140

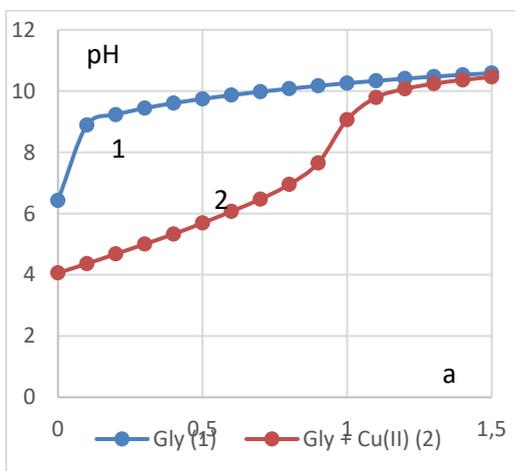
5. При титровании 25 мл раствора, содержащего NaOH и Na_2CO_3 раствором HCl (0,1н) (уравнение реакций?) были получены следующие данные (таблица ниже). Рассчитать концентрации NaOH и Na_2CO_3 в растворе. Какой индикаторный электрод можно использовать для этого титрования?

V(HCl), мл	pH
13,0	9,3
14,0	8,9
14,5	8,6
15,0	7,9

15,5	7,0
16,0	6,7
19,0	5,8
20,0	5,2
20,5	3,9
21,0	3,0
21,5	2,7

Потенциометрическое исследование равновесий в растворах

1. Для изучения комплексообразования в системе Cu(II)- глицин (Gly) были получены кривые рН- метрического титрования растворов глицина и смеси глицина с Cu(II)



К 50 мл раствора, содержащего 10^{-3} моль/л глицина и фоновый электролит, прибавляли 0,05 моль/л раствор NaOH. Результаты измерения рН представлены в таблице:

V (NaOH), мл	pH
0	6,43
0,1	8,89
0,2	9,23
0,3	9,44
0,4	9,74
0,5	9,86

0,6	9,87
0,7	9,98
0,8	10,08
0,9	10,17
1,0	10,25
1,1	10,33
1,2	10,41

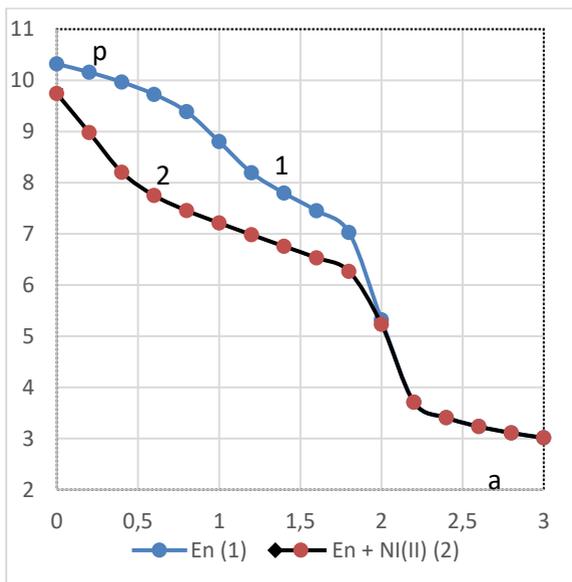
Определите константы протонирования глицина методом Бьерумма.

2. К 50 мл раствора, содержащего 10^{-3} моль/л глицина, $5,0 \cdot 10^{-4}$ моль/л соли Cu(II) и фоновый электролит, прибавляли 0,05 моль/л раствор NaOH. Результаты измерения pH представлены в таблице:

V (NaOH), мл	pH
0	4,07
0,1	4,36
0,2	4,68
0,3	5,00
0,4	5,33
0,5	5,69
0,6	6,07
0,7	6,47
0,8	6,95
0,9	7,65
1,0	9,06
1,1	9,79
1,2	10,07

Определите состав и константы устойчивости комплексов Cu(II) с глицином методом Бьерумма.. Константа протонирования глицина составляет: $\lg K_1=9,91$.

3. Для изучения комплексообразования в системе Ni(II)-этилендиамин (En) были получены кривые pH- метрического титрования растворов этилендиамина и смеси этилендиамина с Ni(II)



К 50 мл раствора, содержащего 10^{-3} моль/л этилендиамина и фоновый электролит, прибавляли 0,1 моль/л раствор HCl. Результаты измерения pH представлены в таблице:

Объем HCl, мл	pH
0	10,47
0,1	10,27
0,2	10,05
0,3	9,78
0,4	9,42
0,5	8,81
0,6	8,19
0,7	7,79
0,8	7,45
0,9	7,02
1,0	5,32
1,1	3,70
1,2	3,41
1,3	3,23
1,4	3,11

Определите константы протонирования этилендиамина методом Бьерумма.

К 50 мл раствора, содержащего 10^{-3} моль/л этилендиамина, $3,3 \cdot 10^{-4}$ моль/л соли Ni(I) и фоновый электролит, прибавляли 0,1 моль/л раствор HCl. Результаты измерения pH представлены в таблице:

Объем HCl, мл	pH
0	9,74
0,1	8,98
0,2	8,20
0,3	7,75
0,4	7,45
0,5	7,21
0,6	6,98
0,7	6,76
0,8	6,53
0,9	6,27
1,0	5,23
1,1	3,70
1,2	3,40
1,3	3,23
1,4	3,11

Определите состав и константы устойчивости комплексов Ni(II) с этилендиаминам методом Бьерумма.. Ступенчатые константы протонирования этилендиамина составляют: $\lg K_1=10, 1$; $\lg K_2=7,6$.

4. К 50 мл раствора, содержащего $2 \cdot 10^{-4}$ моль/л нитрата серебра и фоновый электролит, прибавляли 0,1 моль/л раствором иминодиуксусной кислоты (ИДА) при pH=9. Результаты измерения потенциала Ag^+ -селективного электрода представлены в таблице:

Объем ИДА, мл	E, мВ
0	200
0,4	194
0,8	188
1,2	182
1,6	176
2,0	170

Определите состав и константы устойчивости комплексов Ag(I) с ИДА методом Ледена. Ступенчатые константы диссоциации ИДА составляют: $pK_1=2,6$; $pK_2=9,3$.

5. К 50 мл раствора, содержащего $2 \cdot 10^{-5}$ моль/л соли Cu(II) в ацетатном буфере с $pH=5$ прибавляли 1,0 моль/л раствор глицина. Результаты измерения потенциала Cu^{2+} селективного электрода представлены в таблице:

Объем глицина , мл	E, мВ
0	219
0,1	214
0,2	210
0,3	204
0,4	200
1,0	193
1,5	189
2,0	183

Определите состав и константы устойчивости комплексов Cu(II) с глицином методом Ледена. Константа диссоциации глицина составляет: $pK_1=9,9$.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ

Полярография

1. Ниже представлены данные по потенциалам полуволн различных ионов металлов. Как и почему фоновый электролит оказывает влияние на значения $E_{1/2}$? Какой фоновый электролит лучше использовать при полярографировании смеси (Cu(II) и Bi(III)? Pb(II) и Tl(I)?

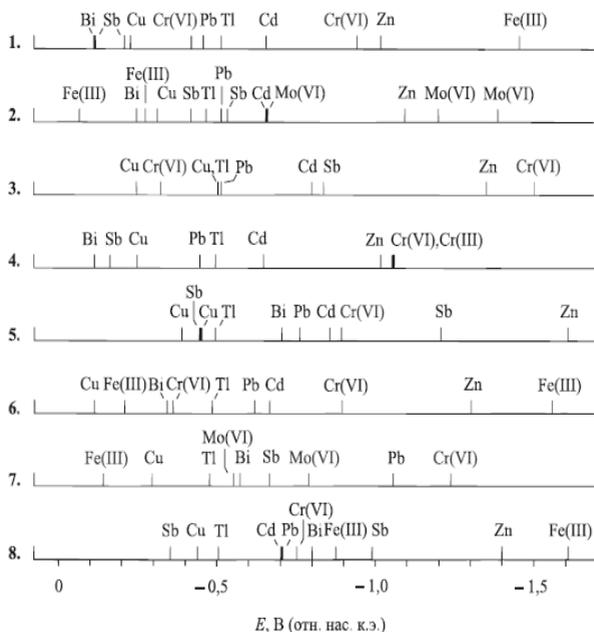


Рис. 2.2. Потенциалы полуволн в постоянноточковой полярографии для некоторых элементов при различных составах фонового электролита: 1. — 1 М КСl; 2. — 2 М $\text{CH}_3\text{COOH} + 2 \text{ М } \text{CH}_3\text{COONH}_4$; 3. — 1 М NH_4Cl ; 4. — 1 М НСl; 5. — 1 М NaOH; 6. — 0,5 М Na-тарtrat; 7. — 0,1 М $\text{Na}_2\text{-EL}$; ... — 1 М Na-цитрат + 0,1 М NaOH (значения измерены отн. нас. к.э.)

2. Для обратимой волны полярограммы восстановления иона металла на фоне НСl (25°C) были получены следующие данные

Е, В отн.НКЭ	І, мкА
-0,30	0,0
-0,36	0,0
-0,40	0,3
-0,42	0,9
-0,44	2,1
-0,46	4,7
-0,48	2,9
-0,50	2,9
-0,60	3,0

Определите потенциал полуволны и число электронов, участвующих в процессе. Какой это металл? Использовать справочную таблицу (ниже).

Полярографические потенциалы восстановления ионов на РКЭ на фоне HCl (отн. НКЭ, 25°C)

Ион	Процесс	$E_{1/2}$, В
Cd(II)	2→0	-0,60
Co(II)	2→0	-1,20
Cr(III)	3→2	-0,81
Ni (II)	2→0	-1,10
Pb(II)	2→0	-0,43
Sb(III)	3→0	-0,22
Sn(II)	2→0	-0,10
Ti(IV)	4→3	-0,81
Zn(II)	2→0	-1,02
Zr(IV)	4→0	-1,65

3. Для обратимой волны полярограммы восстановления иона металла на фоне HCl (25°C) были получены следующие данные

E, В отн. НКЭ	I, мкА
-0,50	0,0
-0,56	0,4
-0,58	1,7
-0,60	5,0
-0,62	8,2
-0,64	9,5
-0,66	9,9
-0,70	9,9
-0,80	10,0

Определите потенциал полуволны и число электронов, участвующих в процессе. Какой это металл? Использовать справочную таблицу.

4. Для обратимой волны полярограммы восстановления иона металла на фоне HCl (25°C) были получены следующие данные:

E, В отн. НКЭ	I, мкА
-0,60	0,0
-0,70	0,3
-0,76	2,5
-0,80	8,1
-0,82	11,9
-0,84	15,3
-0,88	18,5
-1,00	20,0

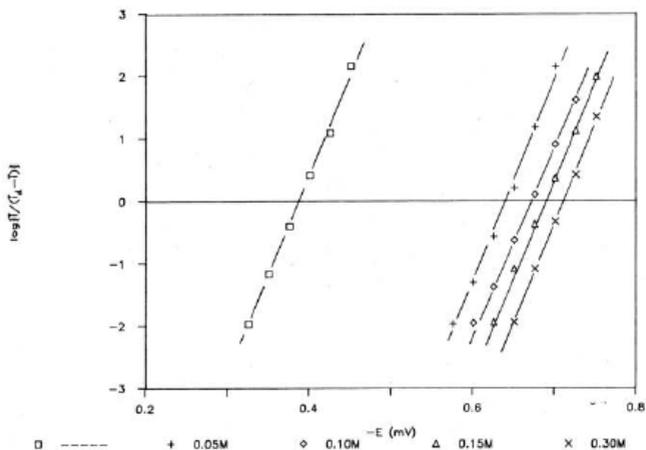
Определите потенциал полуволны и число электронов, участвующих в процессе. Какой это металл? Использовать справочную таблицу.

5. Для обратимой волны полярограммы восстановления иона металла на фоне HCl (25°C) были получены следующие данные:

E, В отн. НКЭ	I, мкА
-0,10	0,0
-0,20	3,5
-0,22	20,0
-0,24	36,4
-0,26	39,5
-0,30	40,0
-0,40	40,0

Определите потенциал полуволны и число электронов, участвующих в процессе. Какой это металл? Использовать справочную таблицу.

6. Полярограммы восстановления ионов Pb(II) в среде KNO₃ с добавками различной концентрации NaOH были спрямлены и полученный результат представлен на рисунке.



Является ли процесс восстановления Pb(II) в этих условиях обратимым?

7. Для обратимой волны полярографического восстановления иона Pb(II) (25°C) были получены следующие данные

E, В отн.НКЭ	I, мкА
-0,345	0,16
-0,370	0,98
-0,383	2,05
-0,393	3,13
-0,409	4,62
-0,420	5,16

Определите потенциал полуволны и число электронов, участвующих в процессе, если значение предельного диффузионного тока составляет 5,67 мкА.

***Вольтамперометрическое исследование реакций
комплексобразования***

1. Потенциал полуволны обратимого восстановления ионов Pb(II) в растворах с различной концентрацией гидроксид ионов приведен в таблице:

[ОН-], моль/л	$E_{1/2}$, В
0	-0,390
0,05	-0,646
0,10	-0,673
0,15	-0,689
0,30	-0,715

Определите состав и устойчивость образующихся в растворе гидроксокомплексов Pb(II).

2. При полярографическом исследовании комплексообразования кадмия (II) с триэтиленамином были определены значения потенциалов полуволн в растворах, содержащих постоянную концентрацию Cd(II) и переменную концентрацию лиганда

C(trien), моль/л	$E_{1/2}$, мВ
0	-580
3,81	-898
4,17	-901
4,59	-903
5,00	-906
5,39	-908
5,77	-910
6,48	-912
7,14	-915
7,76	-917
8,33	-918

Определите состав и устойчивость образующихся в растворе комплексов.

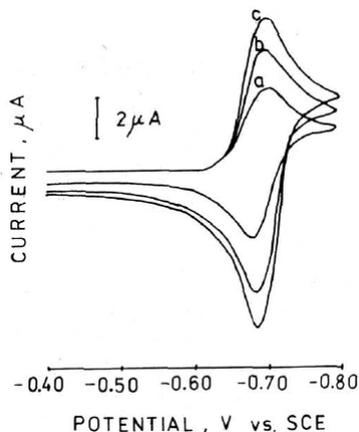
3. При полярографическом исследовании комплексообразования кадмия (II) с иодид-ионами были определены значения потенциалов полуволн в растворах, содержащих постоянную концентрацию Cd(II) (1 ммоль/л) и переменную концентрацию иодида калия (фон 0,1 моль/л NaClO₄)

C(KI)*10 ² , моль/л	$E_{1/2}$, В
0	-0,75
5 · 10 ⁻²	-0,78

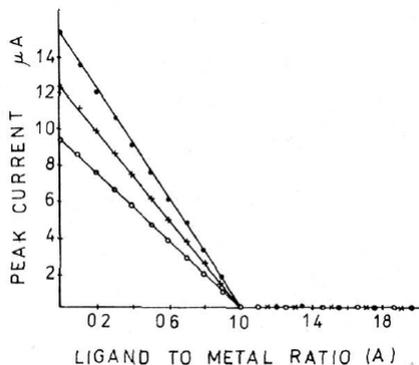
10^{-1}	-0,81
$1,5 \cdot 10^{-1}$	-0,82
$2 \cdot 10^{-1}$	-0,83

Определите состав и устойчивость образующихся в растворе комплексов.

4. Для изучения процесса комплексобразования в системе Cd(II) – ДТПА были получены циклические вольтамперограммы растворов, содержащих постоянную концентрацию Cd(II) и переменную концентрацию ДТПА. На рис приведены полученные ЦВА (РКЭ, аммиачный буферный раствор) при различных мольных соотношениях L: M, составляющих 0,3 (c); 0,5 (b); 0,7 (a).

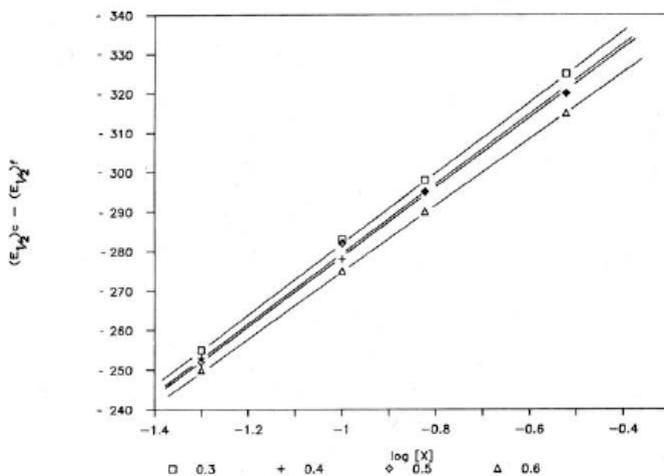


Зависимость тока катодного пика от соотношения L: M представлена ниже (линии для различных значений скорости развертки потенциала)



Объясните полученные данные и сделайте вывод о мольном составе комплекса Cd(II) с ДТПА.

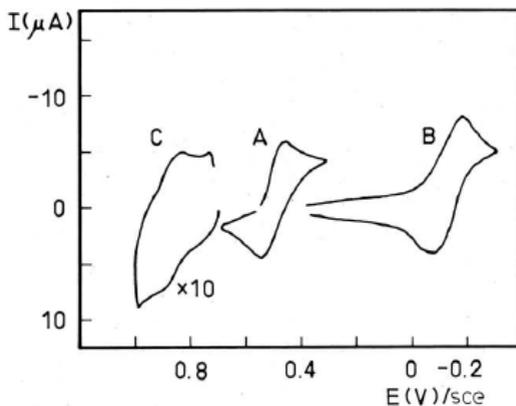
5. На рис. представлено влияние концентрации гидроксид-ионов на смещение полярографического потенциала полувольты обратимого процесса восстановления ионов Pb(II) (линии приведены для различных значений ионной силы)



Определите состав и устойчивость комплексов Pb(OH)_i в растворе.

6. На рис. представлены ЦВА растворов, полученные на стационарном платиновом электроде:

- кривая А: Fe(III) в присутствии 0,1 моль/л NaClO₄
- кривая Б: Fe(III) в присутствии 0,1 моль/л ЭДТА
- кривая С: Fe(III) в присутствии 0,01 моль/л о-фенантролина и 0,1 моль/л HNO₃.



Дайте объяснение полученным результатам с позиций протекающих в растворе процессов комплексообразования.

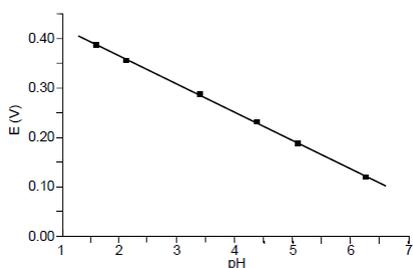
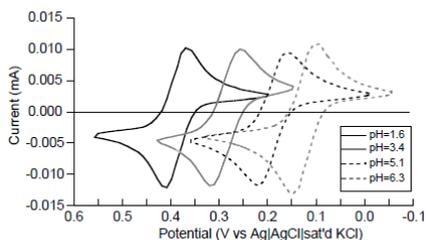
Разновидности вольтамперометрии

1. Потенциалы полуволн полярографического восстановления ионов Ni(II), Co(II), Cd(II) приведены в таблице

E _{1/2} (аммиачный буфер + KCl)		
Cd(II) обратимый	Ni(II) необратимый	Co(II) необратимый
-0,67 В	-0,91 В	-1,10 В

Изобразите схематически постоянноточковую и переменноточковую полярограмму смеси этих ионов при их одинаковой концентрации в растворе.

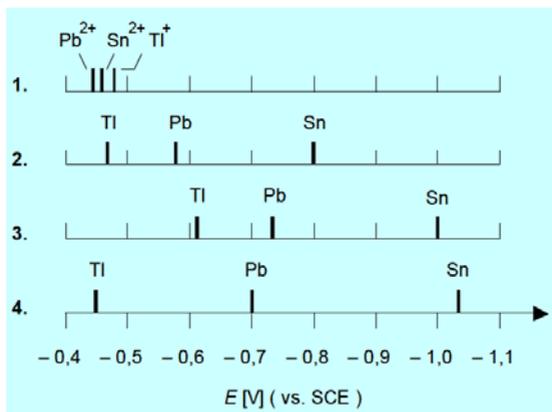
2. На рис. представлены ЦВА системы хинон- гидрохинон при различных значениях кислотности раствора, а также зависимость стандартного потенциала этой системы от рН.



Дайте объяснение полученным данным с позиции влияния рН на процесс обратимого переноса электрона. Напишите суммарное уравнение электродной реакции в этих условиях, отражающего участие ионов водорода в процессе.

3. На рис представлены потенциалы анодных пиков ИВА при использовании различных фоновых электролитов:

- 1- HCl (1 моль/л),
- 2- HCl (1 моль/л) + этилендиамин (1 моль/л),
- 3- HCl (1 моль/л)+ NaOH (2 моль/л) + ЭДТА (0,2 моль/л),
- 4- HCl (1 моль/л)+ NaOH (2 моль/л) + тартрат натрия-калия (0,2 моль/л).



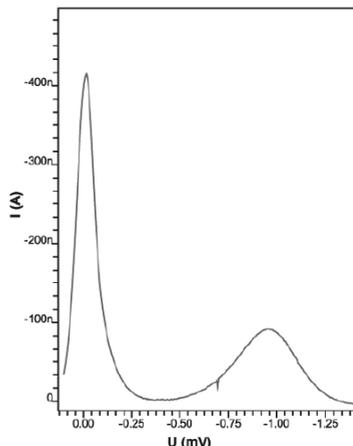
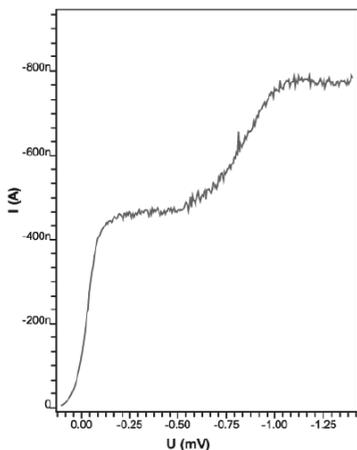
Дайте пояснения. Какой из фоновых электролитов лучше использовать для анализа раствора содержащего одновременно ионы Pb(II), Sn(II) и Tl(I)?

4. Изобразите схематически классические и переменноточковые полярограммы (концентрации деполяризаторов и их коэффициенты диффузии равны, процесс восстановления обратим):

а) на фоне 1 моль/л HCl смеси Tl(I) ($E_{1/2} = -0,45 \text{ В}$) и Pb(II) ($E_{1/2} = -0,44 \text{ В}$)

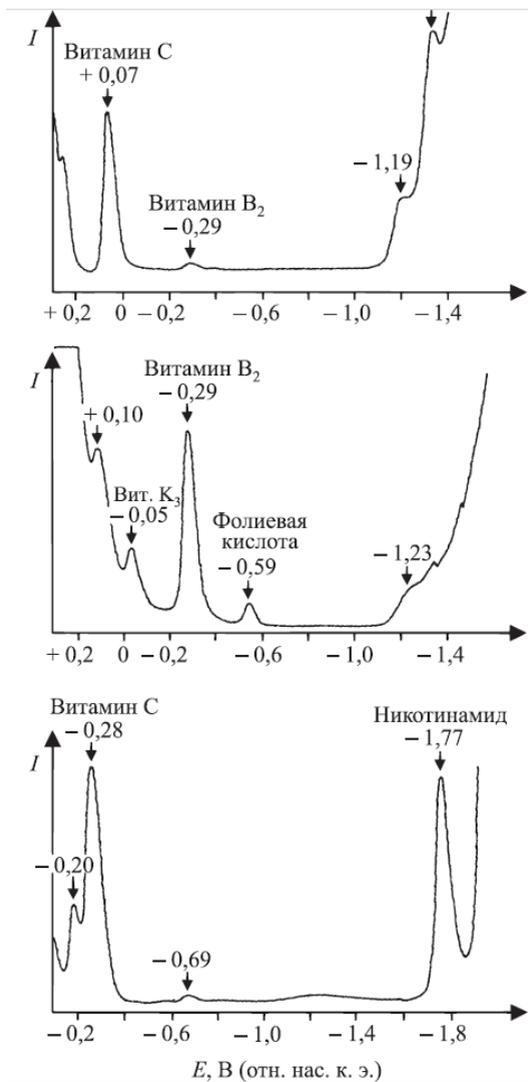
б) на фоне 1 моль/л NaOH смеси Tl(I) ($E_{1/2} = -0,48 \text{ В}$) и Pb(II) ($E_{1/2} = -0,76 \text{ В}$)

5. На рис. представлены постоянноточковая и переменноточковая полярограммы восстановления растворенного кислорода в среде KNO_3 (1 моль/л).

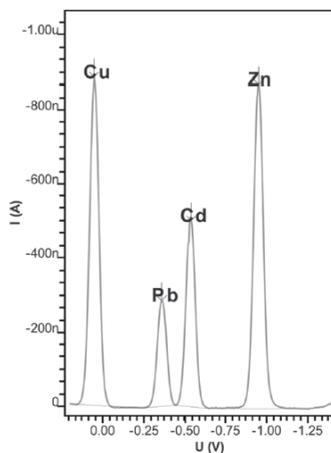
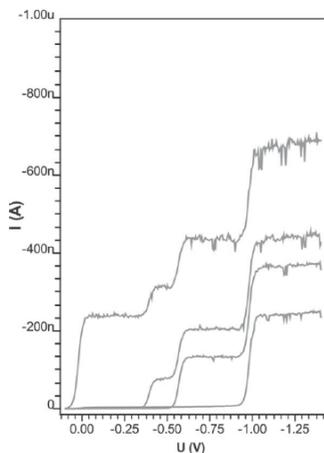


Объясните различие в форме полярограмм. С чем связана меньшая высота второго пика по сравнению с первым на переменноточковой полярограмме? Напишите уравнения протекающих электродных процессов с участием кислорода.

6. На рис. приведены дифференциальные импульсные полярограммы препаратов поливитаминного драже, полученные на фоне ацетатного буферного раствора. Результаты анализа (на 1 драже): 50 мг витамина С; 0,5 мг витамина К₃; 3 мг витамина В₂; 0,5 мг фолиевой кислоты; 20 мг никотинамида. Напишите уравнения электродных процессов с участием этих витаминов. Почему для анализа не использовалась классическая полярография?



7. На рис. представлены классическая полярограмма и дифференциальная импульсная полярограмма раствора, содержащего ионы Рb(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II) с концентрацией 10 мг/л (фон ацетатный буфер с рН 4,6).



Какую разновидность полярографии и почему лучше использовать при анализе смеси этих ионов?

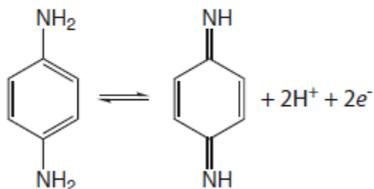
Циклическая вольтамперометрия для изучения обратимости электрохимических процессов

1. При снятии циклических вольтамперограмм раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ на стационарном платиновом электроде в среде 0,1 М КСl при различных скоростях развертки потенциала были получены следующие данные

V, мВ/с	$E_{pa1}, мВ$	$E_{pc}, мВ$	$I_{pa}, мА$	$I_{pc}, мА$
10	240	100	7,2	6,5
20	240	100	8,5	8,0
40	250	95	13	9,0
80	255	90	17	12
160	280	80	21	17
320	300	50	25	18

Является ли электродный процесс $Fe(CN)_6^{3-} + e = Fe(CN)_6^{4-}$ электрохимически обратимым? Определите значение E^0 для этого процесса.

2. п-Фенилендиамин может быть окислен до хинонодиимина до схеме:



В результате исследования электрохимического окисления хинонодиимина в водном буферно растворе с $\text{pH}=7$ методом циклической вольтамперометрии были получены результаты, представленные в таблице:

V, мВ/с	E_{pa} , В (отн. НКЭ)	E_{pc} , В (отн. НКЭ)	I_{pa} , мА	I_{pc} , мА
2	0,148	0,104	0,34	0,30
5	0,149	0,098	0,56	0,53
10	0,152	0,095	1,00	0,94
20	0,161	0,092	1,44	1,44
50	0,167	0,082	2,12	1,81
100	0,180	0,053	2,50	2,19

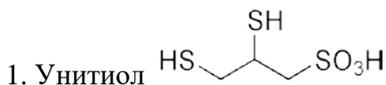
Установите, является ли электрохимический процесс обратимым?

3. На циклических вольтамперограммах антрахинона в среде ДМСО на фоне $(\text{CH}_3)_4\text{NCl}$ наблюдается два пика восстановления и соответствующие им пики окисления, потенциалы которых (отн. нас. ХСЭ) приведены в таблице

V, мВ/с	E_{pc1} , мВ	E_{pc2} , мВ	E_{pa1} , мВ	E_{pa2} , мВ
20	-869	-1520	-630	-1290
40	-930	-1590	-570	-1230
80	1000	-1680	-510	-1170

Напишите уравнения электродного процесса (ступенчатое восстановление хинона до анион-радикала и дианиона). Рассчитайте стандартные потенциалы отдельных стадий.

Количественный вольтамперометрический анализ

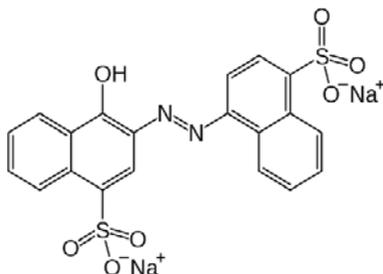


на стационарном платиновом электроде дает анодные пики окисления, ток пика которых зависит от концентрации унитиола следующим образом:

С унитиол, ммоль/л	I, мкА
4	17
8	36
12	56
16	70
20	91

Известно, что унитиол с Zn(II) дает электрохимически неактивный комплекс состава 1:2 (Zn(II): унитиол). Определите концентрацию Zn(II) в растворе, если исходный пик унитиола был 78 мкА, а после добавления 2,5 мл исследуемого раствора Zn(II) к 10 мл раствора унитиола пик уменьшился до 42,5 мкА.

2. Кармуазин является красной пищевой добавкой E122, его предельно допустимое содержание (ПДК) в напитках составляет 50 мг/л. Для вольтамперометрического определения красителя кармуазина



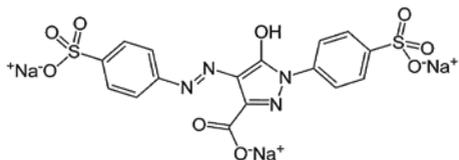
используется способность его азо-группы восстанавливаться по схеме: $-N=N- + 2e + 2H^+ \leftrightarrow -NH=NH-$.

Для стандартных растворов кармуазина при потенциале $-0,10$ В (отн.нас. ХСЭ) были получены следующие катодные пики:

С (кармуазин), мг/л	Ir, мкА
1	1,0
2	2,0
4	3,2
6	5,4
8	7,8
10	9,0

Для определения содержания кармуазина (красная пищевая добавка E122, ПДК 50 мг/л) в безалкогольном напитке в мерную колбу объемом 50 мл было отобрано 5 мл напитка и объем жидкости в колбе был доведен до метки фоновым электролитом. Пик тока поученного раствора составил 2,5 мкА. Соответствует ли содержание кармуазина в исследуемом напитке нормам ПДК?

3. Для вольтамперометрического определения красителя тартразина



используется способность его азо-группы восстанавливаться по схеме: $-N=N- + 2e + 2H^+ \leftrightarrow -NH=NH-$.

Для определения содержания кармуазина (желтая пищевая добавка E102) в смеси для окрашивания пищевых продуктов 0,5 г этой смеси растворили в буфере и довели объем полученного раствора до 1000 мл. Полученный раствор поместили в ячейку и зарегистрировали катодную вольтамперограмму. Амплитуда пика при -0,25 В (отн. нас ХСЭ) составила 50 мкА. На вольтамперограмме стандартного раствора тартразина с концентрацией 2 мг/л в аналогичных условиях получили пик 10 мкА. Рассчитайте массовую долю (%) кармуазина в смеси для окрашивания (3%)

4. Глюкозу также называют виноградным сахаром, так как она в больших количествах находится в винограде. Для стандартных растворов глюкозы при потенциале +0,60 В (отн. нас. ХСЭ)

на медном электроде в щелочной среде были получены следующие анодные пики окисления глюкозы.

C(глюкоза), ммоль/л	I, мкА
0	0
5	58
10	130
20	245
40	500

Для анализа содержания глюкозы в винограде была взята навеска зеленого винограда массой 4,0 г. Выжатый из нее сок объемом 5,0 мл был разбавлен раствором щелочи в 50 раз. Величина полученного тока составила 100 мкА. Рассчитайте содержание глюкозы в винограде в % (по массе).

Для питания клеток головного мозга, эритроцитов крови и обеспечения организма энергией человеку нужно съедать «свою» индивидуальную норму глюкозы. Для ее вычисления (в г) умножьте фактический вес тела на коэффициент 2,6. Полученное значение – суточная потребность вашего организма в глюкозе. При этом, работникам умственного труда, спортсменам и людям, испытывающим тяжелые физические нагрузки дневную норму следует увеличить, поскольку данные операции требуют большего количества энергии. Сколько вам надо съесть винограда, чтобы получить рекомендуемую суточную дозу глюкозы?

5. При полярографическом определении содержания Pb(II) в сточной воде 100 мл исследуемой воды поместили в ячейку и зарегистрировали полярограмму, для которой диффузионный ток составил 10 мкА. После добавки к этому раствору 1 мл раствора Pb(II) с концентрацией 10 мг/л диффузионный ток на полученной полярограмме составил 25 мкА, Рассчитайте концентрацию Pb(II) в воде в мг/л.

6. При анализе свежевыжатого апельсинового сока был использован метод добавок. Для этого к 20 мл фона было добавлено 1 мл сока. Величина тока пика витамина С составила 60 мкА. После введения добавки стандартного раствора витамина С с концентрацией 1000 мг/л объемом 0,5 мл величина полученного тока составила 110 мкА.

Используйте эти данные, чтобы рассчитать содержание витамина С в апельсиновом соке (в мг/100 г сока).

Сравните полученное значение с тем, что известно в литературе по содержанию витаминов в апельсиновом соке. Какой объем такого апельсинового сока надо выпить, чтобы получить рекомендуемую суточную норму витамина С (90 мг в сутки с 18 лет)

7. При определении сурьмы методом ИВА были получены анодные пики при времени накопления 5 мин:

$C_{Sb} \cdot 10^6$, моль/л	I_p , мкА
0.25	1.2
1.10	5.0
2.7	12.9
5.0	24.7

Из навески минерала 0,55 г после растворения в 100 мл кислоты при времени накопления 10 мин был получен пик 36 мкА. Определить % содержание сурьмы в минерале.

Амперометрическое титрование

1. Определение содержания ионов $Cu(II)$ проводят методом амперометрического титрования. Для этого 50 мл анализируемого раствора оттитровывают раствором ЭДТА с концентрацией 0,1 моль/л (в среде аммиачного буфера при потенциале -0,25В). По приведенным ниже данным постройте кривую титрования и определите концентрацию $Cu(II)$ в растворе в мг/л.

Объем (ЭДТА), мл	I , мкА
0	19,9
0,5	14,0
1,0	7,8
1,5	1,8
2,0	0,5
2,5	0,5
3,0	0,5

2. При амперометрическом титровании раствора Pb(II) раствором дихромата калия концентрацией 0,05 моль/л при потенциале электрода 0,2 В были получены следующие данные.

Объем ($K_2Cr_2O_7$), мл	I, мкА
0	92
0,25	78
0,35	63
0,45	45
0,53	30
0,61	30
0,69	39
0,90	60

Постройте кривую титрования и определите сколько мг Pb(II) содержится в растворе?

3. Определение содержания ионов Cu(II) проводят методом амперометрического титрования. Для этого 50 мл анализируемого раствора оттитровывают раствором ЭДТА с концентрацией 0,1 моль/л (в среде аммиачного буфера при потенциале -0,25В). По приведенным ниже данным постройте кривую титрования и определите концентрацию Cu(II) в растворе в мг/л.

Объем (ЭДТА), мл	I, мкА
0	19,9
0,5	14,0
1,0	7,8
1,5	1,8
2,0	0,5
2,5	0,5
3,0	0,5

4. В таблице приведены сведения по амперометрическому титрованию. Напишите: 1) уравнение химической реакции при титровании в растворе, укажите тип реакции; 2) уравнение электрохимической реакции (реакций) на рабочем электроде. Изобразите схематически кривую титрования и дайте пояснения к ней.

Анализируемое вещество	Титрант	Потенциал рабочего электрода
Cu^{2+}	ЭДТА	а) $-0,4 \text{ В}$ б) $+1,0 \text{ В}$
Ba^{2+}	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	$-0,8 \text{ В}$
Ni^{2+}	Диметилглиоксим	$-1,0 \text{ В}$
Fe^{2+}	$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$	$+0,8 \text{ В}$
Pb^{2+}	SO_4^{2-}	$-0,8 \text{ В}$
Mg^{2+}	8-оксихинолин	$-1,6 \text{ В}$
Cl^-	AgNO_3	$-0,8 \text{ В}$
Ca^{2+}	ЭДТА	$+1,0 \text{ В}$

КУЛОНОМЕТРИЯ

Прямая кулонометрия

1. При кулонометрическом определении $\text{Pb}(\text{II})$ при постоянном потенциале рабочего электрода за время электролиза в водородно-кислородном кулонометре образовалось 22,4 мл газов (н.у.). Сколько мг $\text{Pb}(\text{II})$ содержалось в растворе?
2. При кулонометрическом определении пикриновой кислоты путем восстановления при постоянном потенциале рабочего электрода за время электролиза в йодном кулонометре на титрование выделившегося йода потребовалось 10 мл 0,01н раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Сколько мг пикриновой кислоты содержалось в растворе?
3. Для определения содержания растворенного в воде SO_2 в анодную камеру кулонометрической ячейки поместили 10 мл исследуемой воды, добавили подкисленный раствор KI и несколько капель крахмала. Титрование при силе тока 10 мА до появления сине-фиолетовой окраски. Время электролиза составило 5 мин 30 с. Определите содержание SO_2 в воде в мг/л.

Кулонометрическое титрование

1. При кулонометрическом определении концентрации раствора соляной кислоты в катодную камеру кулонометрической ячейки поместили 20 мл исследуемого раствора, добавили раствор K_2SO_4 и несколько капель фенолфталеина. Титрование при силе тока 5 мА до появления малиновой окраски. Время электролиза составило 10 мин

- 20 с. Определите молярную концентрацию раствора соляной кислоты.
2. При кулонометрическом титровании 5 мл воды, содержащей хлориды, по методу Мора электрогенерированными Ag^+ -ионами при силе тока 20 мА в присутствии $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ индикатор) суспензия приобрела оранжевую окраску через 2 мин. Рассчитайте содержание Cl^- в воде (в мг/л).
3. При кулонометрическом титровании 5 мл раствора соли Fe(II) электрогенерированными $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -ионами при силе тока 10 мА окраска ферроина (индикатор) изменилась через 5 мин. Рассчитайте содержание Fe(II) в растворе (в мг/л).
4. При кулонометрическом титровании 20 мл раствора соли Мора электрогенерированными MnO_4^- -ионами при силе тока 20 мА окраска раствора изменилась на розовую через 3 мин. Рассчитайте содержание Fe(II) в растворе (в мг/л).
5. Для определения содержания фенола в сточной воде анализируемую пробу воды объемом 100 мл поместили в кулонометрическую ячейку и добавили подкисленный раствор KBr и несколько капель крахмала. Титрование при силе тока 30 мА и до завершения реакции потребовалось 8 мин 15 с. Определите содержание фенола в воде в мг/л.
6. При кулонометрическом титровании воды, содержащей сероводород, электрогенерированным йодом при силе тока 2 мА в присутствии крахмала через 10 мин раствор посинел. Рассчитайте массу сероводорода в растворе (в мг).
7. При кулонометрическом титровании 5 мл сточной воды, содержащей фенол, электрогенерированным бромом при силе тока 30 мА потребовалось 10 мин. Рассчитайте содержание фенола в воде (в мг/л).

КОНДУКТОМЕТРИЯ

Прямая кондуктометрия

1. Навеску органического вещества массой 1,2000 г сожгли в токе кислорода. Образовавшийся углекислый газ пропустили через кондуктометрическую ячейку, содержащую раствор Ba(OH)_2 . При этом сопротивление раствора изменилось на 90 мкОм. В аналогичных условиях сожгли стандартные вещества и для каждого образца измерили ΔR .

m(C),мкг	200	400	600	800	1000
ΔR , мкОм	80	150	220	285	355

Вычислить % углерода в органическом соединении.

2. Зависимость электропроводности воды от содержания в ней растворенных сухих веществ приведена в таблице

С сух.вещ., мг/л	Удельная электропроводность, мкСм/ см
510	836
515	844
520	852
530	869
540	885
550	902
560	918
570	934
580	951

Определите концентрацию сухих веществ в анализируемой пробе воды, если ее удельная электропроводность составляет 890 мк См/см.

Кондуктометрическое титрование

1. При титровании 50 мл смеси NaOH и NH₃ раствором соляной кислоты с концентрацией 0,01 моль/л получили следующие данные:

V(HCl), мл	Электропроводность, мСм
0	6,30
1	5,41
2	4,52
3	3,62
4	3,71
5	4,79
6	5,85
7	6,93
8	9,00
9	12,08
10	15,13

Вычислить концентрацию NaOH и NH₃ в г/л в исследуемом растворе.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- Отто М. Современные методы аналитической химии. – М.: Техносфера, 2008. – 544 с.
- Хенце Г. Полярография и вольтамперометрия. Теоретические основы и аналитическая практика. – М.: БИНОМ, 2008. – 284 с.
- Миомандр Ф., Садки С., Одебер П., Меалле-Рено Р. Электрохимия. – М.; Техносфера, 2008. – 360с.
- Электроаналитические методы. Теория и практика / Под. ред. Ф. Шольца. – М.: БИНОМ, 2006. – 326 с.
- Будников Г. К., Майстренко В. Н., Вяселев М. Р. Основы современного электрохимического анализа. – М.: Мир, 2003. – 592 с.
- Основы аналитической химии. Кн. 2. Методы химического анализа/ Под. ред. Ю. А.Золотова. – М.: Высш.шк., 2004. – 494 с.
- Основы аналитической химии. Практическое руководство/ Под. ред. Ю. А.Золотова. – М.: Высш.шк., 2001. – 463 с.

Учебное издание

Кропачева Татьяна Николаевна

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА И ИССЛЕДОВАНИЯ**

Учебное пособие

*Авторская редакция
Компьютерная верстка: А.Ж. Фаттахова*

Подписано в печать 08.05.24. Формат 60x84¹/₁₆
Усл. печ. л. 4,35. Уч.-изд. л. 3,00.
Тираж 28 экз. Заказ № 881.

Издательский центр «Удмуртский университет»
426034, г. Ижевск, ул. Ломоносова, 4Б, каб. 021
Тел. +7(3412)916-364, E-mail: editotial@udsu.ru

Типография Издательского центра «Удмуртский университет».
426034, г. Ижевск, Университетская, 1, корп. 2
Тел: +7(3412)685-718