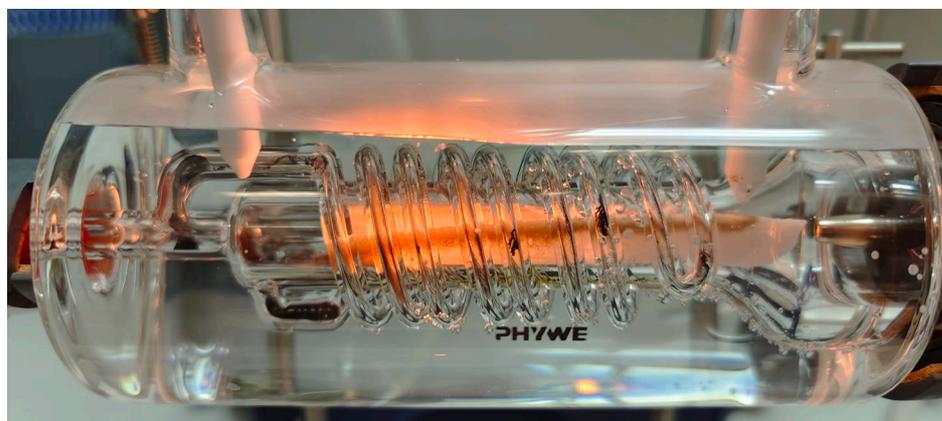


ІІТМО

И.В. Москаленко, Е.А. Смирнов

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ ДЛЯ СТУДЕНТОВ БАКАЛАВРИАТА



**Санкт-Петербург
2025**

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

И.В. Москаленко, Е.А. Смирнов
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО
ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ ДЛЯ СТУДЕНТОВ
БАКАЛАВРИАТА

ПРАКТИКУМ

РЕКОМЕНДОВАНО К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ В УНИВЕРСИТЕТЕ ИТМО
по направлению подготовки 04.03.01, 18.03.01
в качестве практикума для реализации основных профессиональных
образовательных программ высшего образования бакалавриата

ИТМО

Санкт-Петербург
2025

Москаленко И.В., Смирнов Е.А., ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО
ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ ДЛЯ СТУДЕНТОВ БАКАЛАВРИАТА – СПб:
Университет ИТМО, 2025. – 22 с.

Рецензент(ы):

Кривошапкин Павел Васильевич, доктор химических наук, доцент, профессор (квалификационная категория "ординарный профессор") химико-биологического кластера, Университета ИТМО.

В данном пособии описаны лабораторные работы по курсу физической химии. Целью пособия является приобретение междисциплинарных навыков в работе с базовыми физико-химическими методами, а также закрепление знаний, полученных в рамках курса «Физическая химия». Результатом изучения данного пособия будет ознакомление с техникой работ в лаборатории, а также оборудованием для анализа физико-химических свойств веществ и материалов, в том числе используемых при изучении термодинамики химических реакций. Пособие предназначено для студентов мегафакультета Наук о Жизни университета ИТМО, в том числе НОЦ Инфохимии, в рамках курса «Физическая химия», а также может быть рекомендован студентам со специализацией в области естественных наук.

ИТМО (Санкт-Петербург) — национальный исследовательский университет, научно-образовательная корпорация. Альма-матер победителей международных соревнований по программированию. Приоритетные направления: ИТ и искусственный интеллект, фотоника, робототехника, квантовые коммуникации, трансляционная медицина, Life Sciences, Art&Science, Science Communication.

Лидер федеральной программы «Приоритет-2030», в рамках которой реализуется программа «Университет открытого кода». С 2022 ИТМО работает в рамках новой модели развития — научно-образовательной корпорации. В ее основе академическая свобода, поддержка начинаний студентов и сотрудников, распределенная система управления, приверженность открытому коду, бизнес-подходы к организации работы. Образование в университете основано на выборе индивидуальной траектории для каждого студента.

ИТМО пять лет подряд — в сотне лучших в области Automation & Control (кибернетика) Шанхайского рейтинга. По версии SuperJob занимает первое место в Петербурге и второе в России по уровню зарплат выпускников в сфере ИТ. Университет в топе международных рейтингов среди российских вузов. Входит в топ-5 российских университетов по качеству приема на бюджетные места. Рекордсмен по поступлению олимпиадников в Петербурге. С 2019 года ИТМО самостоятельно присуждает ученые степени кандидата и доктора наук.

Содержание

Лабораторный практикум №1. Исследование тепловых эффектов химических реакций с помощью закона Гесса..... 4

Лабораторный практикум №2. Взаимная растворимость трех жидкостей..11

Лабораторный практикум №3. Определение коэффициента распределения вещества между двумя несмешивающимися фазами..... 16

Лабораторный практикум №1. Исследование тепловых эффектов химических реакций с помощью закона Гесса

Цель работы: определить энтальпию реакции сжигания углерода и оксида углерода (II) методом калориметрии. Используя закон Гесса, рассчитать энтальпии образования оксида углерода (II) и диоксида углерода.

КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Химические реакции, сопровождающиеся выделением или поглощением теплоты, называются соответственно экзотермическими или эндотермическими. Количество выделенной или поглощенной теплоты называется тепловым эффектом реакции.

Знак «**минус**» перед тепловым эффектом соответствует уменьшению энтальпии системы (экзотермический процесс).

Знак «**плюс**» перед тепловым эффектом соответствует увеличению энтальпии (эндотермический процесс).

Основой термохимических расчетов является **закон Гесса** и его следствия.

Закон Гесса: Тепловой эффект химической реакции зависит от природы и физического состояния исходных веществ и продуктов реакции, но не зависит от пути ее проведения.

Следствие из закона Гесса: Тепловой эффект химической реакции равен сумме теплот образования продуктов реакции за вычетом суммы теплот образования исходных веществ с учетом стехиометрических коэффициентов.

$$\Delta H_{\text{хим. реак.}} = \sum \Delta H_{\text{прод}}^{\text{обр}} - \sum \Delta H_{\text{исх}}^{\text{обр}} \quad (1.1)$$

где $\sum \Delta H_{\text{прод}}^{\text{обр}}$ – сумма теплот образования продуктов реакции, $\sum \Delta H_{\text{исх}}^{\text{обр}}$ – сумма теплот образования исходных веществ.

Теплота образования – это тепловой эффект реакции образования 1 моль вещества из простых веществ, устойчивых при стандартных условиях. Теплоты образования простых веществ принимаются равными нулю.

Тепловой эффект химической реакции можно определить экспериментально с помощью калориметрических измерений. Однако в некоторых случаях теплоту образования невозможно измерить напрямую, и ее рассчитывают по тепловым эффектам других термохимических реакций.

Если две реакции имеют одинаковое начальное состояние, но разные

конечные состояния, то разность их тепловых эффектов равна тепловому эффекту перехода из одного конечного состояния в другое (см. Схему 1.1).

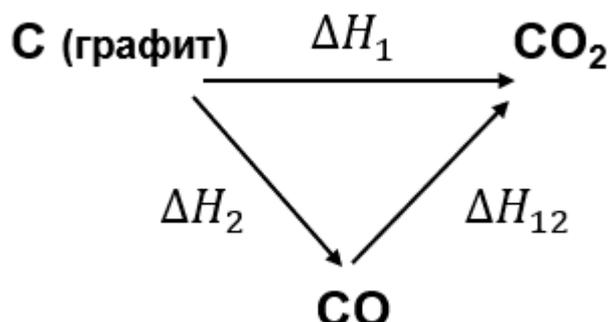


Схема 1.1. Схемы экзотермических процессов с участием углерода (горение)

Согласно закону Гесса, энтальпия процесса горения графита с образованием CO₂ (ΔH_1) равна сумме энтальпий процессов горения графита с образованием CO (ΔH_2) и дальнейшего дожига CO до CO₂ (ΔH_{12}):

$$\Delta H_1 = \Delta H_2 + \Delta H_{12}, \quad (1.2)$$

откуда получаем:

$$\Delta H_{12} = \Delta H_1 - \Delta H_2 \quad (1.3)$$

Закон Гесса можно использовать для определения общей энергии, необходимой для химической реакции, когда она может быть разделена на этапы, которые по отдельности легче охарактеризовать. Принцип, лежащий в основе закона Гесса, применяется не только к энтальпии, но и может быть использован для расчета других функций состояния, таких как изменения энергии Гиббса (ΔG) и энтропии (ΔS).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Перечень используемого оборудования и средств измерений

Необходимое оборудование:

- Калориметр, заполненный водой массой 500 гр (**Осторожно! Хрупкое!**);
- Цилиндр с поршнем и гирей;
- Баллон с сжатым кислородом (**Осторожно! Пожароопасно!**);
- Горелка с регулировкой подачи газа;
- Два мультиметра с термопарами;
- Камера для сжигания углерода и CO (**Осторожно! Хрупкое!**);

- Уловитель CO_2 , заполненный хлопьями NaOH ;
 - Установка для получения CO из двугорлой колбы с муравьиной кислотой и капельной воронки с концентрированной серной кислотой;
 - Трёхходовой кран;
 - Соединительные шланги.
- Экспериментальная установка в сборе представлена на Рисунке 1.1.

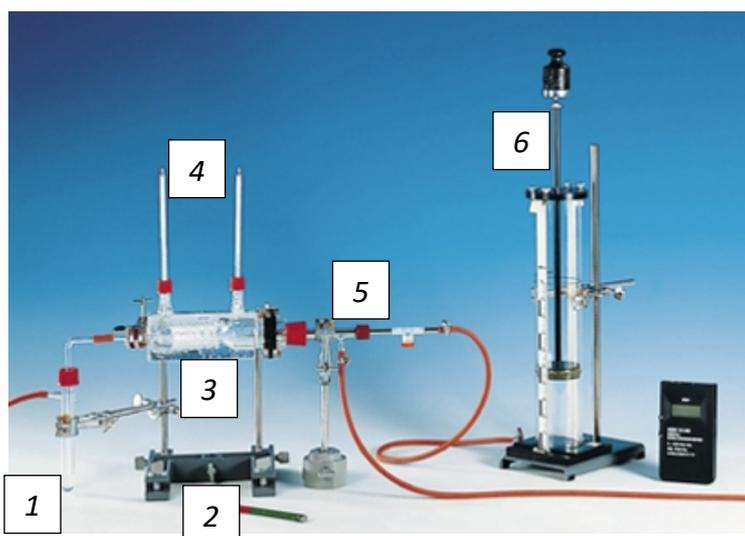


Рисунок 1.1. Установка для исследования тепловых эффектов с помощью закона Гесса в сборе. Основные части: 1 – барботёр, 2 – основание, 3 – калориметр с камерой сгорания, 4 – термометры или термопары, 5 – горелка, 6 - цилиндр с поршнем и гирей.

Необходимые реактивы:

- Дегазированный древесный уголь;
- Активированный уголь;
- Пропан (Осторожно! Пожароопасен!);
- Серная кислота;
- Муравьиная кислота;
- Гидроксид натрия.

Указание по технике безопасности

- Работу со стеклянными приборами следует выполнять только в присутствии менторов!
- Работа с сжиженными газами требует соблюдения правил ТБ и ПБ!

- Работа с СО требует соблюдения ТБ (проводить эксперимент строго под работающей тягой) и в присутствии ментора, так как газ смертельно ядовит!

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Этапы сбора экспериментальной установки:

1. В основание (1) вставьте два опорных стержня.
2. Возьмите три зажима и закрепите их на опорных стержнях.
3. Соберите калориметр (2):
 - а) В мерный стакан налейте примерно 500 г воды и взвесьте (m_1).
 - б) Поместите вставку калориметра внутрь стеклянной оболочки.
 - в) Установите стеклянную оболочку.
 - г) Используя воронку, осторожно налейте 500 г воды в стеклянную оболочку через один из вертикальных трубчатых рукавов и снова взвесьте сосуд (m_2).
 - д) Поместите магнитную мешалку в стеклянную оболочку.
4. Погрузите датчики температуры (термопары) в калориметр через вертикальные трубчатые рукава (4).
5. Подготовьте барботёр (1): налейте немного воды и подключите барботер к выходному отверстию калориметра и водоструйному насосу.
6. Заполните стеклянный цилиндр (6) 300-400 мл согласно ленточной шкале (1 деление – примерно 100 мл) какого-либо легко воспламеняющегося газа (природного газа, пропана или аналогичного газа, который используется для получения очень маленького контролируемого пламени) и с помощью резиновой трубки подсоедините его к горелке.
7. Подсоедините баллон с кислородом к калориметру и закрепите все соединения шлангов хомутами.
8. Включите мультиметр на измерение температуры через термопару.

Сжигание углерода (активированного угля)

1. В качестве источника углерода может быть использован как древесный, так и активированный уголь. Основное условие: уголь должен быть сухим, без остаточных смол, в противном случае измерения будут неточны.

Разотрите уголь в ступке до мелкодисперсного состояния. Взвесьте (m) и поместите порошок в камеру сгорания на керамической бумаге.

2. Включите водоструйный насос и отрегулируйте его таким образом, чтобы через калориметр проходил умеренный поток воздуха. Поток воздуха гарантирует, что весь образующийся горячий газ проходит через калориметр. С помощью магнитной мешалки перемешивайте воду внутри стеклянной оболочки

до тех пор, пока термоэлементы не покажут одинаковую температуру. Эта температура – начальная температура, ϑ_1 .

4. Начните измерение. Используйте темные защитные очки во время сжигания углерода в потоке кислорода.

5. Поместите груз весом примерно 500 г на поршень газометра (6), чтобы обеспечить достаточную скорость газового потока.

6. Откройте регулирующий клапан горелки, подожгите выходящий газ и отрегулируйте длину пламени на 1-2 см.

7. Подайте кислород, отрегулируйте длину примерно на 0,5 см, а затем быстро поместите это контролируемое пламя в калориметр со стеклянной оболочкой, чтобы уголь воспламенился.

8. Закройте клапан на газометре (6).

9. Зафиксируйте начало измерений.

10. Снимайте показания температуры каждые 5 секунд.

11. Древесный уголь сгорает в потоке кислорода чрезвычайно ярким пламенем с образованием углекислого газа, как показано на Рисунке 1.2.

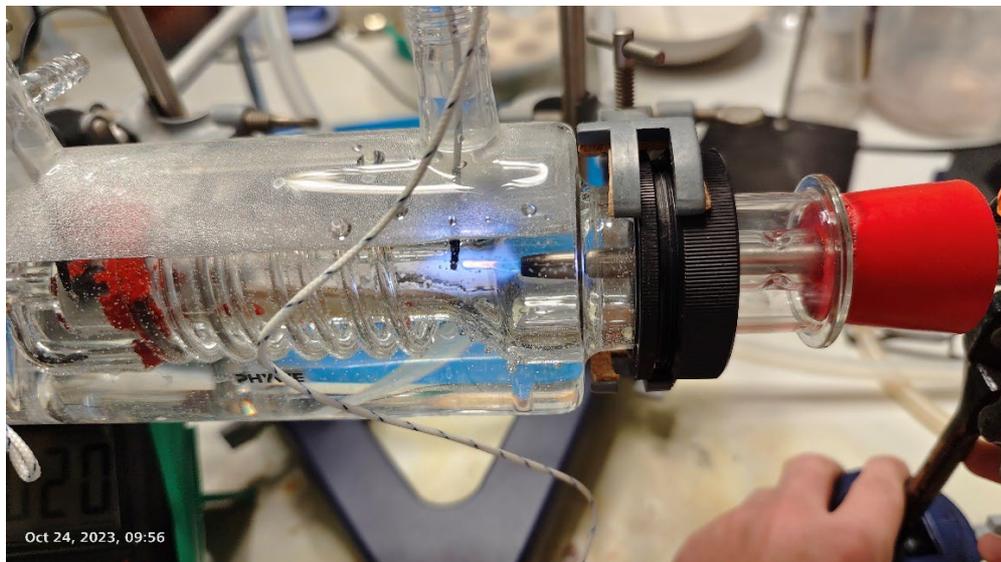


Рисунок 1.2. Момент поджига древесного угля в токе кислорода

12. Перемешивайте воду в калориметре во время горения с помощью магнитной мешалки, чтобы добиться максимальной передачи тепла.

13. Когда горение завершится, отключите подачу воздуха и кислорода, но продолжайте перемешивание до тех пор, пока не установится тепловое равновесие.

14. Завершите эксперимент.

Сжигание оксида углерода (I)

1. Экспериментальная установка аналогична установке первого эксперимента.
2. Оксид углерода (I) получают путем дегидрирования муравьиной кислоты концентрированной серной кислотой. Работа ведется под вытяжкой.
3. Муравьиную кислоту по каплям добавляйте из градуированной воронки в круглую колбу с серной кислотой.
4. Очистите и высушите выделившийся оксид углерода (I) пропусканием через хлопья гидроксида натрия в U-образной трубке.
5. Заполните газометр 1000 мл оксида углерода (I) и снова подсоедините его к горелке, которая присоединена к кислородному баллону.
6. Отрегулируйте поток воздуха с помощью водоструйного насоса.
7. Затем отрегулируйте слабый поток оксида углерода (I) и подожгите газ на кончике горелки.
8. Установите длину пламени примерно на 2 см и добавьте кислород, чтобы гарантировать полное сгорание.
9. Начните измерения
10. Подождите, пока опускающийся поршень газометра не коснется определенной отметки на шкале (например, 900 мл), а затем переместите навеску глубоко внутрь камеры сгорания калориметра.
11. Снимайте показания температуры каждые 5 секунд.
12. Непрерывно, но осторожно перемешайте воду в калориметре, сожгите ровно 500 мл оксида углерода (I), затем отключите подачу воздуха и кислорода.
13. Подождите, пока не установится тепловое равновесие.
14. Завершите эксперимент.
15. Зафиксируйте температуру в комнате и атмосферное давление.

Обработка результатов измерений

1. Рассчитайте изменение энтальпии реакции $C + O_2 \longrightarrow CO_2$ следующим образом:

$$\Delta H = (m_w \cdot c_w + C_{Cal}) \cdot \Delta T \cdot \frac{M}{m} \quad (1.4)$$

где $m_w = m_2 - m_1$ – масса воды, помещённая в калориметр,

c_w – теплоёмкость воды, равная $4.1798 \text{ Дж г}^{-1} \text{ К}$,

$C_{Cal} \approx 410 \text{ Дж К}^{-1}$,

M – молекулярная масса углерода, равная 12.01 г моль⁻¹,
 m – масса угля (г).

2. Рассчитайте энтальпию реакции $CO + \frac{1}{2}O_2 \longrightarrow CO_2$ следующим образом:

$$\Delta H = (m_{\omega} \cdot c_{\omega} + C_{Cal}) \cdot \Delta T \cdot \frac{V_{mol}}{V} \quad (1.5)$$

где $V_{mol} = 22.41$ г моль⁻¹,

V – объём CO (см³).

3. Используя закон Гесса, рассчитайте энтальпии образования CO и CO₂ согласно формуле (1.3), приведённой в теоретической части.

Контрольные вопросы

1. Что такое тепловой эффект химической реакции? Какой знак может иметь тепловой эффект?
2. Сформулируйте закон Гесса. Какое следствие можно сделать из закона Гесса?
3. Как можно измерить тепловой эффект реакции экспериментально?
4. Для каких ещё термодинамических потенциалов можно использовать принцип, лежащий в основе закона Гесса?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Никольский Б. П. **Физическая химия. Теоретическое и практическое руководство.** –Л.: Химия – 1987.
2. Еремин В. В. и др. **Основы физической химии. Учебник в 2-х частях.** – М.: Лаборатория знаний – 2019.

Лабораторный практикум №2. Взаимная растворимость трех жидкостей

Цель работы: изучить взаимную растворимость трёх жидкостей и построить изотермическую диаграмму растворимости при комнатной температуре.

КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Взаимная растворимость трёх жидкостей может быть исследована с помощью построения диаграмм растворимости, которые отражают фазовые равновесия в трёхкомпонентных системах. Для этого используются бинарные смеси, состоящие из двух полностью смешивающихся компонентов, которые затем титруются третьим компонентом до появления мутности, что свидетельствует о начале расслоения системы на две фазы. Этот метод позволяет определить границы растворимости и построить бинодальную кривую.

Бинодальная кривая разделяет диаграмму на две области: гомогенную (однофазную) и гетерогенную (двухфазную). В гетерогенной области система состоит из двух равновесных жидких фаз, состав которых можно определить экспериментально. Для точного построения диаграммы необходимо провести серию опытов с различными составами бинарных смесей и их титрованием третьим компонентом.

На рисунке 2.1 (слева) приведён пример объёмной диаграммы состояния трёхкомпонентной системы, в которой компоненты А-С и В-С полностью (неограниченно) смешиваются, тогда как компоненты А-В имеют как гомогенную, так и гетерогенную область.

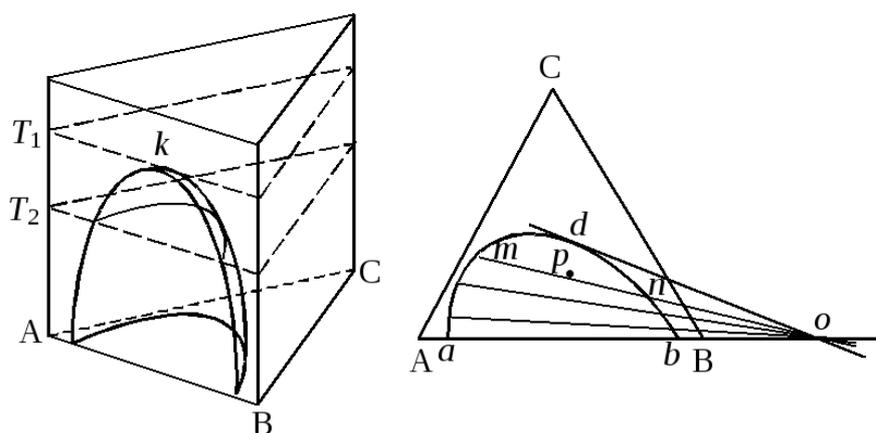


Рисунок 2.1. Объёмная диаграмма состояния трехкомпонентной системы и её изотермическое сечение

Из представленной диаграммы видно, что при температуре T_1 в точке k (высшая критическая точка) начинается процесс расслоения системы. При понижении температуры до T_2 область расслоения расширяется и охватывает составы между точками a и b (Рисунок 5.1, справа).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Перечень используемого оборудования и средств измерений

Необходимое оборудование:

- Штатив для фиксации приборов;
- Бюретка для точного дозирования жидкостей;
- Конические колбы для приготовления растворов;
- Пипетки для переноса жидкостей;
- Магнитная мешалка для перемешивания смесей;
- Делительная воронка для разделения фаз.

Необходимые реактивы:

- вода (компонент А);
- хлороформ (компонент В);
- уксусная кислота (компонент С).

Указание по технике безопасности

- Работа со стеклянной посудой должна проводиться с осторожностью, чтобы избежать порезов.
- Органические вещества (хлороформ, уксусная кислота) требуют работы под вытяжным шкафом из-за их токсичности и летучести.
- Остатки органических веществ утилизируются в специальные контейнеры с маркировкой "Орг. слив".

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Поскольку плотность смесей не всегда зависит линейно от состава, для повышения точности измерений в пробирки или колбы с притертыми пробками вносят предварительно рассчитанные навески компонентов бинарной системы (А + В). Массы компонентов взвешивают с точностью до 0,02 г. Приготовленные бинарные растворы (объемом не менее 15-20 см³) должны иметь концентрацию

от 0 до 60 % одного из компонентов с интервалом изменения в 10 %. С помощью пипетки в бинарные растворы прибавляется третий компонент (С), сначала по несколько капель, а затем по 1-2 капли, при энергичном встряхивании раствора после каждого прибавления. При появлении первого признака помутнения необходимо получившийся тройной раствор взвесить, а затем для большей уверенности прилить еще 1-2 капли титрующего компонента. Если при этом получилось совершенно явное помутнение или выпадение капель второй жидкой фазы, то предыдущая масса берется за основу для расчета точки исследуемой бинодали. Если же после приливания контрольных капель более явного появления второй фазы не получилось, то необходимо взвесить пробирку с содержимым еще раз, а затем добавить еще 1-2 капли для контроля. Только после полной уверенности в появлении второй фазы можно считать титрование законченным.

Закончив серию опытов с одной бинарной системой, входящей в состав исследуемой тройной системы, производят то же самое с другой бинарной системой с такими же заданными концентрациями. Очевидно, что для второй бинарной системы в качестве третьего вещества при титровании используют тот компонент, который в предыдущем опыте входил в состав бинарной системы.

Если окажется, что для построения замкнутой кривой полученное число точек недостаточно, исследование необходимо продолжить еще для 1-2 точек в каждой бинарной системе.

Обработка результатов измерений

По полученным таким образом данным строят бинодаль на треугольной диаграмме.

Наиболее точно определить положение бинодали на концентрационном треугольнике, а также составы фаз, находящихся в равновесии, можно следующим способом. Гетерогенную смесь заданного состава помещают в колбу, снабженную магнитной мешалкой, и тщательно перемешивают до образования достаточно стойкой эмульсии. Затем смесь быстро переливают в делительную воронку и дают ей отстояться до образования двух прозрачных слоев жидкости. Затем слои разделяют и определяют их составы. Метод анализа сосуществующих фаз подбирают в зависимости от природы компонентов, образующих смесь. Наиболее удобен и точен хроматографический метод определения состава равновесных фаз.

Данные опытов и расчетов помещают в таблицу.

Таблица 2.1. Результаты экспериментальных измерений

№ системы	Состав с-мы, φ / об.%		Объёмы к-ов, V / мл	
	1	0	100	
2	10	90		
3	20	80		
4	30	70		
5	40	60		
6	50	50		
7	60	40		

Результаты работы

1. Заполненная табл. 2.1 и построенная трёхкомпонентная диаграмма с указанием гомогенной и гетерогенной областей.
2. Описание влияния содержания компонента А на взаимную растворимость компонентов В и С друг в друге.
3. Характеристики состояния системы по числу компонентов, числу фаз, числу степеней свободы (вариантности) в пяти фигуративных точках на диаграмме; составы равновесных фаз для трехкомпонентных систем, указанные по методу Гиббса или Розебума.

Контрольные вопросы

1. Дайте определение понятиям: компонент, фаза, число степеней свободы (вариантность).
2. Как определить число независимых компонентов?
3. Запишите уравнение правила фаз Гиббса для одно-, двух- и трёхкомпонентных систем с учетом одного, двух внешних параметров (температуры и давления) или без учета внешних параметров.
4. Какие виды диаграмм состояния трёхкомпонентных систем возможны при постоянных температуре и давлении?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Никольский Б. П. **Физическая химия. Теоретическое и практическое руководство.** –Л.: Химия – 1987.

2. Еремин В. В. и др. **Основы физической химии. Учебник в 2-х частях.** – М.: Лаборатория знаний – 2019

Лабораторный практикум №3.
Определение коэффициента распределения вещества между двумя несмешивающимися фазами

Цель работы: определить коэффициент распределения вещества между двумя несмешивающимися жидкостями.

КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Распределение вещества между двумя несмешивающимися фазами описывается законом Нернста, который гласит, что при постоянной температуре отношение концентраций вещества в двух фазах является постоянной величиной. Это отношение называется коэффициентом распределения (K_p), который выражается формулой:

$$K_p = \frac{C_1}{C_2} \quad (3.1)$$

где K_p – коэффициент распределения, C_1 – концентрация растворённого вещества в первом растворителе (например, вода); C_2 – концентрация растворённого вещества во втором растворителе (например, органический растворитель).

Закон распределения имеет большое значение при изучении экстрагирования веществ из раствора. Для увеличения степени извлечения экстрагируемого вещества его переводят в то состояние, в котором оно находится в обеих фазах. Количество экстрагированного вещества будет больше при увеличении поверхности соприкосновения между фазами, при многократной обработке раствора малыми порциями растворителя. Изучение распределения вещества имеет большое значение для выяснения механизма многих химических и физиологических процессов.

Обычно количество вещества определяют классическими методами, например, кислотным или щелочным титрованием из аликвоты, отобранной после смешения и полного разделения фаз. Однако более быстрым и простым методом определения концентрации веществ является спектроскопия. Пример прибора, используемого в данной лабораторной работе, представлен на рисунке 3.1. При этом в случае спектроскопии поглощения в УФ-видимой области спектра используют закон Ламберта-Бера для определения концентрации:

$$A = -\lg \frac{I}{I_0} = \varepsilon lc \quad (3.2)$$

где A – поглощение вещества, I и I_0 – интенсивности лучей света, проходящих через образец и кюветы с растворителем, соответственно, ε – коэффициент

экстинкции или молярный коэффициент поглощения, l – длина кюветы, C – концентрация растворённого вещества.

Для каждого растворителя коэффициент экстинкции отличается, причём в некоторых случаях довольно существенно, поэтому необходимо готовить стандартные растворы и строить калибровочную прямую для каждой фазы отдельно.



Рисунок 3.1. UV-VIS спектрофотометр, используемый в работе

Однако часто бывает, что вещество нерастворимо либо в воде, либо в органических растворителях, тогда для полуколичественного определения коэффициента распределения можно прибегнуть к хитрости и заменить одну из фаз на этанол, что даст чуть более точные значения, чем простое приравнение ϵ_1 к ϵ_2 .

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Перечень используемого оборудования и средств измерений

Необходимое оборудование:

- мерный цилиндр;
- кварцевые кюветы (2 шт.);
- спектрофотометр.

Необходимые реактивы:

- органический краситель;
- деионизированная вода;
- органические растворители: толуол, трихлорметан, гексан, этанол.

Указание по технике безопасности

- Работа с органическими веществами и растворителями требует соблюдения правил ТБ и ПБ, в частности, работу необходимо проводить под тягой.

- Остатки органических веществ следует утилизировать в специальные ёмкости с пометкой «Орг.слив»

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Готовят небольшие объёмы (5 мл) растворов красителя заданной концентрации (обычно 0.1 – 1 мМ) в воде и органических растворителях, добиваясь при этом полного растворения красителя без видимого выпадения в осадок.
2. Строят калибровочные прямые для каждого растворителя. Для этого:
 - a. В отделение стандартного образца спектрофотометра (обычно дальше от пользователя) помещают кварцевую кювету с 3 мл **растворителя** и закрывают тефлоновой крышкой (особенно для легколетучих веществ)
 - b. В отделение измеряемого образца (обычно ближе к пользователю) помещают кварцевую кювету с 3 мл раствора **красителя** и закрывают тефлоновой крышкой (особенно для легколетучих веществ)
 - c. Проводят измерение спектра поглощения в широком диапазоне от 200 до 1100 нм. При необходимости и ввиду поглощения со стороны растворителя диапазон можно сократить.
 - d. Путём разбавления раствора **красителя** чистым растворителем добиваются того, чтобы все пики поглощения **красителя** находились ближе к верхней границе рабочего диапазона спектрометра, который составляет 0.1 – 2 у.е. по шкале поглощения.
NB! Если измеренное поглощение раствора **красителя** будет ниже 1 у.е. по шкале поглощения, то для образца, разбавленного в 10 раз, будет сложно определить пик поглощения и, соответственно, измерить его интенсивность.
 - e. В соответствии с пунктом 2.d рассчитывают максимальную концентрацию (X), и далее в тест-пробирках на 5 мл готовят растворы с концентрацией X, X/2, X/5, X/7, X/10 путём разбавления.

f. В соответствии с пунктом 2.е измеряют спектры поглощения растворов, и далее строят калибровочную прямую для **данного красителя в данном растворителя**, рассчитывают уравнения калибровочной прямой и ϵ .

3. Прделав п.2 для **каждого изучаемого растворителя**, смешивают по 25 мл раствора красителя концентрацией X в растворителе 1 и чистый растворитель 2. Наблюдают переход части вещества из фазы 1 в фазу 2, при необходимости интенсифицируют диффузию взбалтыванием смеси с образованием эмульсии. Наблюдают за разделением эмульсии. Повторяют встряхивание от 3 до 5 раз.

NB! Если эмульсия не разделяется за адекватное время (10-15 минут), то п.3 повторяют без встряхивания.

4. После полного разделения эмульсии (до 20-30 минут) аккуратно отбирают пробы объёмом 3 мл и измеряют спектры поглощения относительно соответствующего чистого растворителя (два измерения – относительно растворителя 1 и растворителя 2).

5. Пункты 3 и 4 также повторяют для концентрации X/5.

Обработка результатов измерений

1. В таблицу 3.1 заносят полученные данные поглощения и концентрации, рассчитанные по полученных калибровочным прямым. Если в спектре поглощения есть несколько пиков, то расчёт необходимо производить по каждому из них.

2. Далее рассчитывают константу распределения K_p как отношение концентраций.

Делают вывод о распределении веществ между фазами.

Таблица 3.1. Рассчитанные результаты измерений

№ колбы	Исходная концентрация		Р-ль 1				Р-ль 2				$K_p = C_1/C_2$
	Р-ль 1	Р-ль 2	A_{1-1}	C_{1-1}	A_{1-1}	C_{1-2}	A_{1-1}	C_{1-1}	A_{1-1}	C_{1-2}	

3. Определите, как влияет концентрация органического растворителя в исходном водном растворе на величину коэффициента распределения, и сравните характер влияния с теоретическими данными. Проанализируйте величину показателя преломления (n) и сделайте предположение о

возможных процессах ассоциации или диссоциации в воде и органическом растворителе. Сравните полученные результаты с литературными данными.

Результаты работы

1. Спектры поглощения красителей при варьировании концентраций, а также калибровочная прямая.
2. Заполненная табл. 3.1.
3. Рассчитанный коэффициент распределения красителя между фазами.

Контрольные вопросы

1. Каково термодинамическое условие фазового равновесия для данного компонента в гетерогенной системе?
2. Для каких систем справедлив закон распределения?
3. Каково математическое выражение закона распределения в его простейшей форме?
4. Какие факторы влияют на коэффициент (константу) распределения?
5. В какой форме используется математическое выражение закона распределения с учетом возможной диссоциации или ассоциации распределяемого вещества в разных фазах? (Примеры контрольных вопросов – необходимо будет редактировать)

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Никольский Б. П. **Физическая химия. Теоретическое и практическое руководство.** –Л.: Химия – 1987.
2. Еремин В. В. и др. **Основы физической химии. Учебник в 2-х частях.** – М.: Лаборатория знаний – 2019

Москаленко Иван Владимирович
Смирнов Евгений Алексеевич

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ ДЛЯ СТУДЕНТОВ БАКАЛАВРИАТА

Практикум

В авторской редакции

Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО

Зав. РИО

Н.Ф. Гусарова

Подписано к печати

Заказ №

Тираж

Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел
Университета ИТМО
197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49, литер А