

Задание:

1. Изучить лабораторную работу.
2. Письменно ответить на контрольные вопросы.
3. Отчеты отправить на эл. почту bandreeva68@mail.ru не позже окончания занятия по расписанию.

Лабораторная работа.**Определение водорастворимых кислот и щелочей в нефтепродуктах****Оборудование и реактивы:**

- рН-метр любого типа;
- стаканы химические объемом 100 см³
- колба коническая объемом 100 или 250 см³
- воронка делительная объемом 100 или 250 см³
- цилиндры мерные объемом 50 или 100 см³
- вода дистиллированная с рН 6-8, проверенная на нейтральность;
- бумага фильтровальная.

Ход работы

В делительную воронку помещают 50 см³ испытуемого нефтепродукта и 50 см³ дистиллированной воды. Содержимое делительной воронки слегка взбалтывают в течение 5 мин, не допуская образования эмульсии. После отслаивания нижний водный слой сливают через воронку с бумажным фильтром в коническую колбу.

Для определения наличия водорастворимых кислот и щелочей по величине рН в стаканчик помещают 35-50 см³ вытяжки, погружают электроды на глубину 10-12 мм и измеряют величину рН в соответствии с требованиями по эксплуатации рН-метра.

Отсутствие или наличие водорастворимых кислот и щелочей в водной вытяжке устанавливают по таблице:

Характеристика водной вытяжки	рН
Кислая	До 4
Слабокислая	Св.4 до 6
Отсутствие водорастворимых кислот и щелочей	Св.6 до 8
Слабощелочная	Св.8 до 10
Щелочная	Св.10

Сделать вывод по выполненной работе.

Контрольные вопросы:

1. Какая разновидность электрохимического метода использована в данной работе?
2. К каким видам лабораторной посуды относится посуда, применяемая в лабораторной работе?
3. Вы проанализировали три образца. Величина pH составила 10,6; 3,5; 6,5. Сделайте вывод об отсутствии или наличии водорастворимых кислот и щелочей.

Вольтамперометрические методы анализа. Основные стадии электродного процесса. Применяемые электроды.

Вольтамперометрия позволяет идентифицировать растворенные вещества в электролите, определять их концентрацию.

Метод вольтамперометрического анализа основан на расшифровке вольтамперограмм, полученных в электрохимической ячейке с поляризующимся индикаторным (рабочим) электродом и неполяризующимся электродом сравнения. Поляризационная кривая (вольтамперограмма) представляет собой зависимость тока, протекающего через ячейку от приложенного к электродам напряжения.

Вольтамперометрические методы с использованием в качестве рабочего или ртутного капающего, или статического ртутного капельного электрода, традиционно называют *полярографией*.

Полярографическая установка служит для получения *полярограмм*, т.е. кривых зависимости силы тока, протекающего через раствор, от потенциала, приложенного к рабочему электроду. Прибор состоит из трех основных узлов: электролитической ячейки с рабочим электродом и электродом сравнения, источника напряжения для поляризации рабочего электрода и устройства для регистрации тока. В качестве неполяризующегося электрода сравнения используется слой ртути на дне ячейки. Применяются также и другие электроды сравнения: каломельный, ртутно-сульфатный, хлорсеребряный и др. Рабочим электродом может быть также твердый микроэлектрод, изготавливаемый из платины, золота, графита и других материалов.

Определяемые вещества (вещество) находятся в растворе электролита и участвуют в электрохимических реакциях, протекающих на поверхности рабочего электрода. Для уменьшения сопротивления раствора в него добавляют индифферентный (т.е. электрохимически неактивный в данном диапазоне напряжений) фоновый электролит. Кроме того, фоновый электролит дополнительно может выполнять и другие функции, например,

предотвращать гидролиз многовалентных ионов, являться буфером для стабилизации pH раствора, образовывать комплексные соединения как с определяемыми, так и с мешающими ионами.

В вольтамперометрии аналитическим сигналом является максимальный анодный или катодный ток электропревращения определяемого элемента, регистрируемый на вольтамперограмме в виде пика (или нескольких пиков для различных веществ). Потенциал максимума сигнала тока характеризует природу вещества (или элемента), а величина максимума сигнала тока (или площадь под кривой) прямо пропорционально зависит от концентрации определяемого вещества. Таким образом, вольтамперограмма позволяет одновременно получить качественную и количественную информацию о веществах, присутствующих в анализируемом растворе и участвующих в электрохимических процессах на индикаторном электроде.

Помимо классической полярографии широкое распространение находит метод инверсионной вольтамперометрии, к преимуществам которой относятся низкие пределы обнаружения, высокие чувствительность, селективность и разрешающая способность, правильность и воспроизводимость.

В основе метода инверсионной вольтамперометрии лежит способность определяемых элементов концентрироваться на индикаторном электроде из анализируемого раствора электрохимически (или путем адсорбции), а затем электрохимически же окисляться при определенном потенциале, характерном для каждого элемента. Таким образом, инверсионный вольтамперометрический анализ состоит из двух последовательных стадий – электроконцентрирования определяемого вещества на поверхности рабочего электрода и регистрации тока электрорастворения концентрата с поверхности электрода. Процесс концентрирования элементов на рабочем электроде проводят при заданных для определяемых веществ значениях потенциала и времени электролиза. Электроокисление определяемых элементов с поверхности электрода проводят в режиме меняющегося потенциала (как правило, линейно) при заданных параметрах. Поскольку содержание определяемого вещества в концентрате на несколько порядков выше, чем в растворе, величина аналитического сигнала резко возрастает.

