

РАБОТАЙ РУКАМИ – БУДЬ ХИМИКОМ! ИЛИ ПОДГОТОВКА СТУДЕНТА К ТРУДОВЫМ БУДНЯМ В СТЕНАХ УНИВЕРСИТЕТА

Шерстобитова Т.Ю., Строганова Е.А.
Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

*«Химию никоим образом научиться невозможно,
не видав самой практики и не принимаясь
за химические операции».*

М. В. Ломоносов

Одна из наиболее важных задач будущего химика – научиться работать руками. С этой целью студентам, обучающимся по направлениям подготовки 020100.62 «Химия», а также 020201.65 «Фундаментальная и прикладная химия», в учебных планах основных химических дисциплин большое количество часов отводится на выполнение лабораторных и курсовых работ.

Курсовая работа – задание, которое выполняется студентами в определенный срок и по определенным требованиям. Как правило, в рамках такой работы отрабатываются основные методики, с которыми в дальнейшем студент может столкнуться в рабочей реалии.

Цель настоящей статьи заключалась в анализе результатов отработки основных приемов работы в химической лаборатории на примере реализации экстракционно-фотометрической методики определения скандия (III), а также методики потенциометрического определения емкостных характеристик смеси активированных углей АГ-3 и АГ-95 при выполнении курсовых работ на втором и третьем курсах обучения.

Экстракционно-фотометрический метод очень часто применяется в производственных лабораториях при определении содержания редких и рассеянных элементов в продуктивных растворах или сточных водах. Экстракция – это физико-химический процесс распределения вещества между двумя фазами, чаще всего между двумя несмешивающимися жидкостями (обычно между водой и органическим растворителем), который лежит в основе соответствующего метода выделения, разделения и концентрирования веществ [1]. Экстракционный метод является весьма эффективным при разделении и концентрировании микрокомпонентов смеси, к существенным достоинствам которого можно отнести экспрессность и дешевизну в аппаратном оформлении [2].

Фотометрический метод анализа основан на способности определяемого вещества поглощать электромагнитное излучение оптического диапазона. Концентрацию определяемого вещества определяют, измеряя интенсивность поглощения, которое при определенной длине волны дает информацию о качественном и количественном составе анализируемого вещества. С помощью фотометрического анализа можно определять малые количества вещества, например, содержание примесей не ниже $5 \cdot 10^{-5}\%$ (спектрофотометрически) и

$1 \cdot 10^{-4}$ % (фотоколориметрически) при погрешности определения от 1 до 3 % [3].

Совмещая экстракционный и фотометрический методы, химик-аналитик может определить концентрацию соединений или ионов, присутствующих в растворах или твердых веществах в очень малых количествах.

Методика проведения экстракционно-фотометрического метода на примере определения концентрации ионов скандия (III) в водном растворе состоит в следующем. В делительную воронку объемом 250 мл помещают определенный объем серной кислоты с концентрацией 1,64 моль/л, добавляют аликвоту исследуемого раствора Sc^{3+} , затем вносят определенный объем раствора сульфата аммония для поддержания постоянного значения ионной силы 3,6 моль/л, и далее экстрагируют смесью растворов трибутилфосфата (ТБФ) и ди-(2-этилгексил) фосфорной кислоты (Д₂ЭГФК) (0:10, 2:8, 5:5, 8:2, 10:0) при соотношении водной и органической фаз как 2 к 1. Для установления равновесия достаточно 5 минут интенсивного встряхивания. После полного разделения фаз отделяют водный раствор, а затем, с целью определения необходимого интервала, при котором возможно количественное определение скандия, измеряют рН. Водную фазу собирают в мерные колбы на 50 мл, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и оставляют для фотометрического анализа остаточной концентрации элемента с арсеназо III. Для этого в мерные колбы на 25 мл отбирают аликвоту по 1 мл водной фазы, устанавливают рН=3-4 добавлением концентрированного раствора аммиака, приливают 2 мл раствора арсеназо III и доводят дистиллированной водой до метки. Через 15-20 минут измеряют оптическую плотность на КФК-2 в кюветах с толщиной слоя 20 мм с желто-зеленым светофильтром относительно холостого раствора [4].

Таким образом, при выполнении работы по экстракционно-фотометрическому определению содержания ионов Sc^{3+} в водном растворе отрабатываются основные приемы работы химика-аналитика с мерной посудой, экстракции с применением делительной воронки, приобретаются навыки приготовления растворов необходимой концентрации, а также осуществляется знакомство со спецификой фотоколориметрического анализа.

На третьем курсе обучения при изучении дисциплины «Органическая химия» студенты отрабатывают основные приемы работы с посудой для органического синтеза, а также учатся синтезировать, очищать и идентифицировать сложные органические вещества с применением различных физических методов. В целях определения природы функциональных групп применяют химические методы (качественные реакции) или физические, в том числе метод инфракрасной (ИК) спектроскопии. В частности, при выполнении курсовой работы по определению природы функциональных групп и основных физико-химических свойств смеси активированных углей марок АГ-3 и АГ-95, была проведена работа с прибором ИК-Фурье-спектрометром, осуществлен анализ полученных ИК-спектров и проведено количественное определение выявленных функциональных групп с применением методов сорбции и потенциометрии.

Сорбция представляет собой процесс поглощения газов, паров и

растворенных веществ твердыми или жидкими поглотителями на твердом носителе (сорбенте). Так, сорбционные методы широко используются для разделения и концентрирования веществ, поскольку в большинстве случаев обеспечивают хорошую селективность разделения и высокие значения коэффициентов концентрирования.

Ввиду возможности варьирования условий эксперимента, можно осуществлять количественную сорбцию-десорбцию, а также контролировать кинетику процесса. Для осуществления сорбционных методов не требуется сложного приборного оформления, жестких условий, и, что немаловажно, их легко сочетать с методами последующего разделения определения компонентов.

Схематично механизм ионного обмена заключается в следующем. Сначала происходит диффузия иона к частице, затем диффузия вглубь ионообменника к его активным центрам, обмен с ионом, диффузия вытесненного иона к поверхности частицы ионообменника и, наконец, его диффузия в раствор. При перемешивании раствора перемещение ионов к поверхности и от поверхности частицы сорбента происходит быстро и эти стадии существенно не влияют на скорость установления равновесия (за исключением очень разбавленных растворов). Однако диффузия ионов в самой частице сорбента происходит медленно и практически не зависит от перемешивания раствора. Поэтому равновесие устанавливается не мгновенно, а в течение нескольких минут или даже часов, в зависимости от размеров обменивающихся ионов и плотности частицы ионообменника. По данной причине растворы выдерживают на контакте обычно от 4 до 7 дней.

В качестве сорбентов можно применять активированные угли, цеолиты, глинистые минералы, силикагель, оксид алюминия, модифицированные сорбенты на основе силикагеля и целлюлозы, синтетические неорганические и органические ионообменники [5].

Активированный (активный) уголь — пористое вещество, которое получают из различных углеродосодержащих материалов органического происхождения: [древесный уголь](#), [каменноугольный кокс](#), [нефтяной кокс](#), кокосовый уголь и др. Уголь содержит огромное количество пор и поэтому имеет очень большую [удельную поверхность](#) на единицу массы, вследствие чего обладает высокой адсорбцией, [а за счёт наличия функциональных групп проявляет ионно-обменные свойства](#) [6].

Методика определения функциональных групп при помощи ИК-спектроскопии заключается в следующем. Готовится суспензия перетертой в порошок смеси активированных углей с вазелиновым маслом, переносится в кювету, изготовленную из CaCl_2 , которая далее помещается в кюветное отделение прибора (марки InfraLUM FT-02) и далее снимается спектр. Далее осуществляется расшифровка полученных спектров с помощью сводных таблиц характеристического поглощения функциональных групп и углеводородного скелета.

Метод сорбции применяется при определении полной статической обменной емкости смеси активированных углей АГ-3 и АГ-95 согласно

следующей методике. В ряд конических колб емкостью 150-200 мл вносят по 1,0 г ионита (из расчета на сухое вещество). В первую колбу наливают 100 мл раствора хлорида натрия с концентрацией 0,25 моль/л, во вторую колбу - 10 мл раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,25 моль/л и в каждую последующую добавляют тот же раствор щелочи, увеличивая аликвоту каждый раз на 10 мл. Затем в каждую из колб наливают раствор хлористого натрия с таким расчетом, чтобы довести суммарный объем в каждой колбе до 100 мл. Растворы с навесками оставляют в случае сильнокислотных катионитов и сильноосновных анионитов на 1 сутки, а в случае слабокислотных катионитов и слабоосновных анионитов на 7 суток, после чего измеряют рН этих растворов. В результате измерений строят кривые титрования [6].

Таким образом, выполняя работу по выявлению природы и концентрации функциональных групп в твердом сорбенте, осуществляется знакомство студентов со спецификой работы с ИК-Фурье-спектрометром, вырабатываются навыки работы со справочной литературой при интерпретации полученных спектральных данных, а также осуществляется подробное знакомство с теоретической и практической сторонами процесса сорбции.

Приведенные в качестве примера методы широко используются в промышленных лабораториях, и потому их более тщательное изучение в процессе выполнения курсовых работ дает студенту наилучшее представление о том, что ожидает его после окончания университета на рабочем месте химика-аналитика. В целом, подводя итог выше сказанному, можно констатировать, что для формирования полноценного специалиста-химика необходимо совмещение теоретической работы в аудитории и практической работы в условиях учебно-научной лаборатории. Причем чем раньше студент начнет работать руками, выполняя не только предусмотренные программой лабораторные работы, но и работу поискового характера, тем более многосторонними знаниями он будет обладать и более осознанно подходить к своему становлению как специалиста.

Список литературы

1. Золотов, Ю.А. *Основы аналитической химии: в 2 т./Под ред. Ю.А. Золотова. – 2-е изд., перераб. и доп. Т.1: Методы разделения: Учеб. для вузов/Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. – М.: Высш.шк., 2002. – 351 с.: ил.*

2. Васильев, В.П. *Аналитическая химия: в 2 т. Т.2: Физико – химические методы анализа: Учеб. для химико – технол. спец. вузов. – М.: Высш.шк., 1989. – 384 с.: ил.*

3. Чакчир, Б.А. *Фотометрические методы анализа: методические указания/Г.М. Алексеева. – СПб.: Изд – во СПХФА, 2002. – 44 с.*

4. Сальникова, Е.В. *Методы концентрирования и разделения микроэлементов: учебное пособие/М.Л. Мурсалимова, А.В. Стряпков. – Оренбург: ГОУ ОГУ, 2005. – 157с.*

5. Андреев, В.М. *Производство германия/ В.М. Андреев. – Москва: «Наука», 1969. – 234 с.*

6. Салдадзе, К. М. *Ионнообменные высокомолекулярные соединения/*

А. Б. Пашков, В. С. Титов. – М.: Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1960. – 356 с.

Физико-химические основы синтеза полимерных сорбентов: учебное пособие / Ю.А. Лейкин. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2011 - 25с.