

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕ-
ЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ДГТУ)**

Кафедра «Химические технологии нефтегазового комплекса»

**Методические указания
и варианты заданий для выполнения контрольной работы
по дисциплине
«Методы электрохимических измерений»
для студентов магистратуры заочной формы обучения
по направлению 18.04.01**

**Ростов-на-Дону
2018**

Перечень вопросов для подготовки к зачету

1. Электрохимический эксперимент. Электрохимические ячейки, электроды и электролиты. Особенности конструкций и выбор материалов.
2. Подготовка электролитов и электродов к измерениям.
3. Основы кондуктометрии. Электропроводность растворов электролитов и ее зависимость от физико-химических параметров (концентрация, подвижности ионов, температура).
4. Аналитическое использование кондуктометрии. Оценка качества дистиллированной воды, засоления почв.
5. Высокочастотная неконтактная кондуктометрия. Области применения. Схема установки.
6. Кондуктометрическое титрование. Примеры кривых титрования, определение точки эквивалентности.
7. Электродвижущая сила. Электродный потенциал. Элементы без переноса и с переносом. Диффузионный и мембранный потенциалы.
8. Индикаторные электроды и электроды сравнения. Электроды с электронным и ионным обменом. Мембранные электроды. Прямая потенциометрия.
9. Потенциометрическое титрование и его достоинства. Способы титрования.
10. Законы Фарадея. Выход по току. Кулонометры, их виды и конструкция. Электрогравиметрия.
11. Потенциостатическая кулонометрия. Прямая кулонометрия, внутренний электролиз.
12. Гальваностатическая кулонометрия. Прямая и инверсионная кулонометрия. Кулонометрическое титрование.
13. Хронопотенциометрия. Характерный вид кривых. Уравнения Санда и Караогланова, анализ хроноамперограмм. Обратимые и необратимые электродные процессы.

14. Хроноамперометрия. Уравнение Коттрела, анализ хроноамперограммы. критерии необратимости процесса. Применимость метода.

15. Вращающийся дисковый электрод. Основы конвективной диффузионной кинетики. Уравнение Левича.

16. Вращающийся дисковый электрод с кольцом. Конструктивные особенности. Сбор продуктов на кольце, экранирование кольцом.

17. Циклическая вольтамперометрия. общий вид циклической кривой. Характеристические параметры. Уравнение максимального тока и его анализ.

18. Амперометрическое титрование. Выбор реакций, материала и потенциала электрода. Вид титриметрической кривой, точка эквивалентности.

19. Импедансная спектроскопия. Измерение импеданса электрохимической ячейки. Фазово-частотные характеристики (диаграммы Найквеста и Бодэ). Действительная и мнимая части импеданса. Адмиттанс.

20. Эквивалентные схемы импедансного метода. Основные структурные элементы эквивалентных схем (сопротивление, емкость, индуктивность и т.д.). Импеданс жидкостной и твердофазной электрохимической ячейки.

Контрольная работа

Задание 1

Из 50 мл водного раствора анализируемой смеси веществ А и В взяли аликвоту 10 мл и провели кондуктометрическое титрование веществом С. Показания прибора при титровании указаны в таблице 1.

Постройте кривую титрования и определите массу (г/л) веществ А и В в исходном растворе.

Таблица 1 – Варианты задания 1

№ п/п	Вещество А	Вещество В	Вещество С	Концентрация вещества С	Объем вещества С, мл	Электропроводность, 10^3 См/см
1	2	3	4	5	6	7
1	NaOH	NH ₃	HCl	0,01 М	0	6,30
					1,00	5,41
					2,00	4,52
					3,00	3,62
					4,00	3,71
					5,00	4,79
					6,00	5,85
					7,00	6,93
					8,00	9,00
					9,00	12,08
					10,00	15,13
2	NaOH	NH ₃	HCl	0,01 М	0	5,68
					1,00	4,46
					2,00	3,20
					3,00	-
					4,00	3,00
					5,00	3,84
					6,00	4,86
					7,00	5,50
					8,00	7,00
					9,00	10,80
					10,00	14,55
3	NaOH	NH ₃	HCl	0,01 М	0	6,60
					1,00	5,98
					2,00	5,30
					3,00	4,68
					4,00	4,05
					5,00	-
					6,00	4,45
					7,00	5,70
					8,00	7,80
					9,00	12,02
					10,00	16,20
4	HCl	CH ₃ COOH	NaOH	0,1 М	7,00	2,50
					8,00	2,20
					9,00	1,90
					10,00	1,93

1	2	3	4	5	6	7
					11,00 12,00 13,00 14,00 15,00 16,00	1,96 2,00 2,20 2,50 2,85 3,20
5	HCl	CH ₃ COOH	NaOH	0,1 M	7,00 8,00 9,00 10,00 11,00 12,00 13,00 14,00 15,00 16,00	2,62 2,35 2,08 1,94 2,00 2,03 2,06 2,38 2,74 3,10
6	HCl	CH ₃ COOH	NaOH	0,1 M	7,00 8,00 9,00 10,00 11,00 12,00 13,00 14,00 15,00 16,00	2,66 2,39 2,12 2,02 2,04 2,08 2,11 2,25 2,60 2,96
7	H ₂ SO ₄	CuSO ₄	NaOH	0,0004 г/мл	2,00 4,00 6,00 8,00 10,00 12,00 14,00 16,00 18,00 20,00	7,0 6,0 5,1 4,2 3,0 3,0 3,0 3,5 4,0 4,5
8	H ₂ SO ₄	CuSO ₄	NaOH	0,0004 г/мл	2,00 4,00 6,00 8,00 10,00 12,00 14,00 16,00 18,00 20,00	6,5 5,4 4,4 3,4 2,5 2,5 2,5 4,2 6,5 8,9
9	H ₂ SO ₄	CuSO ₄	NaOH	0,0004 г/мл	2,00 4,00 6,00 8,00 10,00 12,00 14,00 16,00 18,00 20,00	6,0 4,9 3,9 2,0 2,0 2,0 2,0 3,8 5,5 7,2

Задание 2

Из 100 мл водного раствора анализируемой смеси веществ А и В взяли аликвоту 20 мл и провели потенциометрическое титрование веществом С. Показания прибора при титровании указаны в таблице 1.

Постройте кривые титрования в координатах pH-V (E-V) и $\Delta\text{pH}/\Delta V$ -V ($\Delta E/\Delta V$ -V) и определите массу (г/л) веществ А и В в исходном растворе.

Таблица 2 – Варианты задания 2

№ п/п	Вещество А	Вещество В	Вещество С	Концентрация вещества С	Объем вещества С, мл	Значение pH	Значение E, мВ
1	2	3	4	5	6	7	8
1	HCl	-	NaOH	0,10 М	10,0 18,0 19,0 19,9 20,0 20,1 21,0 22,0 25,0	1,48 2,28 2,59 3,60 7,00 10,60 11,49 11,68 12,00	-
2	CH ₃ COOH	-	KOH	0,10 М	10,0 18,0 19,0 19,5 19,9 20,0 20,1 20,5 21,0 25,0	4,76 5,71 6,04 6,35 7,06 8,79 10,52 11,22 11,51 12,00	-
3	CH ₃ COOH	-	KOH	0,10 М	10,0 13,0 14,0 14,5 14,9 15,0 15,1 15,5 16,0	5,00 5,56 5,88 6,19 6,92 8,82 10,59 11,29 11,58	-
4	NH ₄ Cl	-	½ Hg ₂ (NO ₃) ₂	0,10 М	10,0 15,0 17,0 17,5 17,9 18,0 18,1 18,5 19,0 21,0	-	382 411 442 457 498 613 679 700 709 720
5	Cl ⁻ -ионы	I ⁻ -ионы	AgNO ₃	0,01954 М	0,66 0,73 0,76 0,80	-	-180 -155 -125 -75

1	2	3	4	5	6	7	8
					0,85 0,90 0,95 1,00 1,05 1,10 1,15 1,20 1,25 1,30 1,35 1,40 1,45 1,50		25 170 200 220 240 255 265 285 305 330 360 375 380 385
6	Cl ⁻ -ионы	I ⁻ -ионы	AgNO ₃	0,01970 M	0,20 0,30 0,40 0,50 0,60 0,65 0,70 0,80 0,90 1,00 1,10 1,20 1,30 1,40 1,45 1,50 1,60 1,70 1,80	-	-106 -100 -95 -86 -72 -30 40 103 121 128 139 156 176 200 275 315 330 348 355
7	Cl ⁻ -ионы	-	AgNO ₃	0,0197 M	0,6 1,2 1,6 2,0 2,2 2,4 2,6 2,8 3,0 3,1 3,2 3,4 3,6 3,8 4,0 4,2 4,6 4,5	-	-85 -70 -55 -35 -15 5 10 30 50 80 105 165 255 305 330 345 356 364
8	Cl ⁻ -ионы	-	AgNO ₃	0,0197 M	1,0 1,2 1,4 1,8 2,0 2,2 2,4 2,6 2,8 3,0 3,2	-	-45 -35 -25 0 15 30 45 70 105 180 240

1	2	3	4	5	6	7	8
					3,4 3,6 4,0 4,4		301 330 354 373
9	Cl ⁻ -ионы	-	AgNO ₃	0,0197 М	0,2 0,6 1,0 1,4 1,8 2,0 2,2 2,4 2,6 2,8 3,2	-	-65 -55 -35 -20 0 25 100 290 335 350 368

Задание 3

При снятии вольтамперной кривой на ртутном капающем электроде были получены следующие данные, таблица 3.

Определите потенциал полуволны и число электронов, участвующих в реакции.

Таблица 3 – Варианты задания 3

E, В	1	-1,2757	-1,2830	-1,2879	-1,2959	-1,3046	-1,3121	-1,3243
	2	-1,2757	-1,2830	-1,2879	-1,2959	-1,3046	-1,3121	-1,3243
	3	-1,2757	-1,2830	-1,2897	-1,2959	-1,3046	-1,3121	-1,3243
	4	-2,0110	-2,0246	-2,0601	-2,0771	-2,1090	-2,1461	-2,1974
	5	-2,0110	-2,0246	-2,0601	-2,0771	-0,7153	-0,7237	-0,7298
	6	-0,6702	-0,6881	-0,6962	-0,7058	-0,7153	-0,7237	-0,7298
	7	-0,2209	-0,2392	-0,2525	-0,2611	-0,2795	-0,3008	-0,3279
	8	-0,2209	-0,2392	-0,2525	-0,2611	-0,2795	-0,3008	-0,3279
	9	-0,2209	-0,2392	-0,2525	-0,2611	-0,2795	-0,3008	-0,3279
I, мкА	1	1	3	6	16	31	40	45
	2	3	5	17	27	49	65	71
	3	1	7	14	24	31	34	35
	4	3	5	17	27	49	65	71
	5	2	8	20	33	68	92	99
	6	1	7	14	24	31	34	35
	7	3	5	17	27	49	65	71
	8	2	8	20	33	68	92	99
	9	1	3	6	16	31	40	45

Рекомендуемые литературные источники

1. Дамаскин, Б.Б. Электрохимия / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирлина. – СПб.: Лань, 2015 (http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=58166)
2. Павлов, А.И. Физико-химические методы анализа. – СПб.: СПбГАСУ, 2014 (<http://www.iprbookshop.ru/30016.html>)
3. Микилева, Г.Н. Аналитическая химия. Электрохимические методы анализа / Г.Н. Микилева, Г.Г. Мельченко, Н.В. Юнникова. – Кемерово: КТИПП, 2010 (<http://www.iprbookshop.ru/14357.html>)
4. Ярышев, Н.Г. Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе / Н.Г. Ярышев и др. – М.: Прометей, 2012 (<http://www.iprbookshop.ru/18633.html>)
5. Никулина, А.В. Кривые титрования / А.В. Никулина, Т.А. Кучменко. – Воронеж: ВГУИТ, 2011 (<http://www.iprbookshop.ru/27316.html>)