

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова»



Директор института
Естественных и Стандартизации

И.Ю. Мезин

26 сентября 2017 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФХМА

Направление подготовки
27.03.01 Стандартизация и метрология

Профиль
Стандартизация и сертификация в химической промышленности

Уровень высшего образования – бакалавриат

Программа подготовки – академический бакалавриат

Форма обучения
Очная

Факультет

Стандартизации, химии и биотехнологии

Кафедра

Физической химии и химической технологии

Курс

2

Семестр

3,4

Магнитогорск
2017

Рабочая программа составлена на основе ФГОС ВО по направлению подготовки 27.03.01 *Стандартизация и метрология*, утвержденного приказом МОиН РФ от 06.03.2015 № 168.

Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры *Физической химии и химической технологии*

«1» сентября 2017 г., протокол № 1.


Зав. кафедрой  / А.Н. Смирнов /

Рабочая программа одобрена методической комиссией института *Естествознания и стандартизации* «25» сентября 2017 г., протокол № 1.

Председатель  / И.Ю. Мезин/


Рабочая программа составлена:

доцент, к.х.н, доцент

 / С.А. Крылова/

Рецензент:

доцент кафедры «Стандартизации, сертификации и технологии продуктов питания» ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г. И. Носова»,
доцент, к.т.н.

 Л.Г. Коляда

1 Цели освоения дисциплины (модуля)

Целями освоения дисциплины «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» являются теоретическая и практическая подготовка студентов по вопросам выбора метода анализа и его практического осуществления для получения информации о качественном и количественном составе того или иного объекта при решении выпускником задач будущей профессиональной деятельности.

2 Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы подготовки бакалавра

Дисциплина Б1.В.03 «Аналитическая химия и ФХМА» входит в вариативную часть блока 1 образовательной программы.

Для изучения дисциплины необходимы знания (умения, навыки), сформированные в результате изучения общей и неорганической химии, физики, математики.

Знания (умения, навыки), полученные при изучении данной дисциплины будут необходимы для изучения последующих дисциплин: УИРС, безопасность жизнедеятельности, основы технологии химического производства, химмотология, материалы отрасли, химическая технология топлива и углеродных материалов, метрология, управление качеством.

3 Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины (модуля) и планируемые результаты обучения

В результате освоения дисциплины «Аналитическая химия и ФХМА» обучающийся должен обладать следующими компетенциями:

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения
	ПК-20 - Способностью проводить эксперименты по заданным методикам с обработкой и анализом результатов, составлять описания проводимых исследований и подготавливать данные для составления научных обзоров и публикаций
Знать	Основные определения и понятия аналитической химии; – общие закономерности протекания химических процессов ; – классификации методов анализа в аналитической химии; – сущность методов анализа; – устройство и принципы работы используемых в анализах аппаратуры и оборудования – методы статистической обработки результатов измерений
Уметь	– Проводить исследования по заданной методике – составлять описание проводимых экспериментов; – готовить данные для составления обзоров, отчетов и научных публикаций – обосновать выбор метода анализа для исследуемых образцов проб; – выполнить анализ объекта; – выполнить расчет результатов анализа
Владеть	– Навыками работы с химическими реактивами и приборами, соблюдая

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения
	<p>правила безопасной работы с веществами и лабораторным оборудованием;</p> <ul style="list-style-type: none"> – навыками проведения химического и физико-химического анализа; – навыками расчетов результатов анализа – профессиональным языком предметной области знания; – методами математической обработки результатов анализа

4 Структура и содержание дисциплины (модуля)

Общая трудоемкость дисциплины составляет 7 зачетных единиц 252 акад. часов, в том числе:

- контактная работа – 140,95 акад. часов:
 - аудиторная – 136 акад. часов;
 - внеаудиторная – 4,95 акад. часов
- самостоятельная работа – 75,35 акад. часов;
- подготовка к экзамену – 35,7 акад. часа.

Раздел/ тема дисциплины	Семестр	Аудиторная контактная работа (в акад. часах)			Самостоятельная работа (в акад. часах)	Вид самостоятельной работы	Форма текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации	Код и структурный элемент компетенции
		лекции	лаборат. занятия	практич. занятия				
1. Аналитическая химия	3	2	-					ПК-20 зув;
1.1 Качественный анализ	3	4	10/4		6	Подготовка к лабораторной работе, семинару (коллоквиуму), выполнение Д/З №1	Выступление на семинаре, защита Д/З №1	
1.2 Гравиметрический анализ	3	4	8/4		6	Подготовка к лабораторной работе, семинару (коллоквиуму), выполнение Д/З №2	Выступление на семинаре, защита Д/З №2	ПК-20 зув;
1.3 Титриметрический анализ	3	2	-		-			
1.3.1 Кислотно-основное титрование	3	5	8/4		6	Подготовка к лабораторной работе, семинару (коллоквиуму), выполнение	Выступление на семинаре, защита Д/З №3	

Раздел/ тема дисциплины	Семестр	Аудиторная контактная работа (в акад. часах)			Самостоятельная работа (в акад. часах)	Вид самостоятельной работы	Форма текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации	Код и структурный элемент компетенции
		лекции	лаборат. занятия	практич. занятия				
						Д/З№3		
1.3.2 Окислительно-восстановительное титрование	3	5	8/2		5	Подготовка к лабораторной работе, семинару (коллоквиуму), выполнение Д/З№4	Выступление на семинаре, защита Д/З №4	
1.3.3 Комплексометрическое титрование	3	4	-		4	Изучение конспекта лекций и литературы	Конспект	ПК-20 зув;
2. Физико-химические методы анализа	3	2	-		2	Изучение конспекта лекций и литературы	Конспект	
2.1. Электрохимические методы анализа		6	-		2			
Подготовка к зачету					7,2			
Итого за семестр	3	34	34/14		38,2		Промежуточная аттестация (зачет)	
1.3.3 Комплексометрическое титрование	4	-	8/4		8			

Раздел/ тема дисциплины	Семестр	Аудиторная контактная работа (в акад. часах)			Самостоятельная работа (в акад. часах)	Вид самостоятельной работы	Форма текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации	Код и структурный элемент компетенции
		лекции	лаборат. занятия	практич. занятия				
2.1. Электрохимические методы анализа. 2.1.1. Потенциометрия 2.1.2. Кондуктометрия 2.1.3. Вольтамперометрия 2.1.4. Кулонометрия 2.1.5. Электрогравиметрия	4	-	19/7		10	Самостоятельное изучение учебной и научной литературы. Подготовка реферата (презентации), доклада, подготовка к лабораторной работе, семинару (коллоквиуму), выполнение Д/З№5	Выступление на семинаре, Защита лабораторных работ, доклад подготовленной темы реферата	ПК-20 зув;
2.2. Спектроскопические методы анализа 2.2.1. Молекулярная спектроскопия (спектрофотометрия, рефрактометрия, ИК- и КР-спектроскопия, люминесцентная спектроскопия) 2.2.2. Атомная спектроскопия (атомно-абсорбционная и атомно- эмиссионная) 2.2.3. Рентгеноспектральные методы анализа.	4	10	18/7		10	Самостоятельное изучение учебной и научной литературы. Подготовка реферата (презентации), доклада, подготовка к лабораторной работе, семинару (коллоквиуму), выполнение Д/З№5	Выступление на семинаре, Защита лабораторных работ, доклад подготовленной темы реферата	
3. Статистическая обработка результатов анализа	3	4	4/2		2	Самостоятельное изучение литературы.	Собеседование, выполнение расчетных заданий	ПК-20 зув;
4. Методы разделения и концентрирования	3	3	2/2		7,5	Самостоятельное изучение учебной и научной литературы. Подготовка реферата (презентации), доклада	Выступление на семинаре	ПК-20 зув;

Раздел/ тема дисциплины	Семестр	Аудиторная контактная работа (в акад. часах)			Самостоятельная работа (в акад. часах)	Вид самостоятельной работы	Форма текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации	Код и структурный элемент компетенции
		лекции	лаборат. занятия	практич. занятия				
Итого за семестр	4	17	51/22		37,5		Промежуточная аттестация (экзамен)	
Итого по дисциплине	3,4	51	85/36		75,35		Промежуточная аттестация (зачет, экзамен)	

И – в том числе, часы, отведенные на работу в интерактивной форме.

5 Образовательные и информационные технологии

Проектирование обучения строится на основе следующих принципов:

- Обучение на основе интеграции с наукой и производством.
- Профессионально-творческая направленность обучения.
- Ориентированность обучения на личность.
- Ориентированность обучения на развитие опыта самообразовательной деятельности будущего специалиста.

Для достижения планируемых результатов обучения, в дисциплине «Аналитическая химия и ФХМА» используются различные образовательные технологии:

1. *Традиционные образовательные технологии:* информационная лекция, практическое занятие, лабораторная работа, семинар.
2. *Технологии проблемного обучения:* практическое занятие в форме семинара и домашнее задание, направленное на решение комплексной учебно-познавательной задачи, требующей от студента применения как научно-теоретических знаний, так и практических навыков.
3. *Интерактивные технологии:* семинар-дискуссия – коллективное обсуждение какого-либо спорного вопроса, проблемы, выявление мнений в группе. Изложение проблем и их совместное решение.
4. *Информационно-коммуникационные образовательные технологии:* лекция-визуализация. Практическое занятие в форме презентации – представление результатов с использованием специализированных программных сред.

Личностно-ориентированные технологии обучения, обеспечивающие в ходе учебного процесса учет различных способностей обучаемых, создание необходимых условий для развития их индивидуальных способностей, развитие активности личности в учебном процессе. Личностно-ориентированные технологии обучения реализуются в результате индивидуального общения преподавателя и студента при сдаче коллоквиумов, подготовке индивидуальных отчетов по лабораторным работам, решении задач, при работе в малых группах (выполнение лабораторных работ, подготовка ответов на контрольные вопросы и отчетов по лабораторным работам).

Лекционный материал закрепляется на практических и лабораторных занятиях, на которых выполняются групповые или индивидуальные задания. При проведении занятий используется метод контекстного обучения, который позволяет усвоить материал путем выявления связей между конкретным знанием и его применением.

Самостоятельная работа стимулирует студентов к самостоятельной проработке тем в процессе написания рефератов, выполнения заданий, в процессе подготовки к семинарам и итоговой аттестации.

Интерактивное обучение включает следующие методы:

- работа в команде
- проблемное обучение
- контекстное обучение
- обучение на основе опыта
- междисциплинарное
- эвристическая беседа
- учебная дискуссия .

Для оценки знаний рекомендуется использовать рейтинговую систему, которая обеспечивает диагностику достижения обучаемым заданного уровня компетентности на каждом этапе текущего, промежуточного и рубежного, итогового контроля. Цель студента – набрать максимальное число баллов. В итоге, в конце 3 семестра, студенты, набравшие суммарный рейтинг 50% получают зачет по дисциплине.

6 Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

Вопросы к коллоквиумам

«Качественный анализ»

1. Предмет и методы качественного анализа;
2. отбор и подготовка пробы к анализу;
3. аналитический сигнал;
4. погрешности химического анализа. Обработка результатов измерений;
5. условия выполнения аналитических реакций;
6. чувствительность, избирательность и специфичность аналитических реакций;
7. предел обнаружений (минимальная концентрация, обнаруживаемый минимум, предельное разбавление);
8. комплексообразование в аналитической химии;
9. регулирование pH растворов. Буферные растворы;
10. образование и растворение осадков;
11. влияние pH на полноту осаждения;
12. влияние избытка осадителя на полноту осаждения;
13. понятие об активности электролита. Ионная сила растворов. Солевой эффект. Влияние избытка одноименных ионов и солевого эффекта;
14. дробное осаждение;
15. соосаждение примесей;
16. окислительно-восстановительные процессы в качественном анализе;
17. методы маскировки, разделения и концентрирования;
18. специфичность аналитических реакций;
19. дробный и систематический анализ;
20. групповые реагенты и требования к ним;
21. деление катионов на аналитические группы
22. частные реакции.

" Гравиметрический анализ»

1. Сущность гравиметрического анализа. Методы, используемые в гравиметрии : осаждение, выделение, отгонка.
2. Осаждаемая и гравиметрическая формы. Требования к ним. Гравиметрический фактор.
3. Основные этапы гравиметрического анализа. Преимущества и недостатки метода.
4. Требования, предъявляемые к осадкам. Выбор величины навески, осадителя. Расчет объема осадителя. Проба на полноту осаждения.
5. Образование осадков. Процессы зародышеобразования, агрегации, созревания осадка. Растворимость и сверхрастворимость осадков. Относительное пересыщение и его влияние на скорость процессов зародышеобразования и рост кристаллов. Условия осаждения кристаллических и аморфных осадков.
6. Причины загрязнения осадков: совместное осаждение, соосаждение, последующее осаждение. Виды соосаждения: адсорбция, окклюзия, изоморфное соосаждение. Способы уменьшения соосаждения.
7. Фильтрование, промывание, высушивание, прокаливание осадка.
8. Определение серы гравиметрическим методом.
9. Вычисления в гравиметрическом анализе.

"Кислотно-основное титрование"

1. Титриметрический анализ. Сущность метода.
2. Концентрация растворов: молярная, молярная концентрация эквивалента (нормальность), титр, титр по определяемому веществу.

3. Титрант, титрование, точка эквивалентности. Стандартные и стандартизованные растворы. Фиксанал.
4. Методы титриметрического анализа. Классификация методов:
5. по типу протекаемых реакций (кислотно-основное, окислительно-восстановительное, комплексонометрическое, осадительное).
6. по способу титрования: прямое, обратное, титрование заместителя
7. Кривые титрования в кислотно-основном методе. В каких координатах строят, точка эквивалентности, скачок титрования. Расчет рН. Зависимость скачка титрования от различных факторов.
8. Индикаторы кислотно-основного титрования. Выбор индикаторов. Индикаторные погрешности. Обязательно ли совпадение точки титрования и конечной точки титрования?
9. Титрование многоосновных кислот и многокислотных оснований
10. Стандартизация раствора HCl по тетраборату натрия ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$)
11. Определение содержания щелочи в растворе.
12. Определение содержания щелочи и карбоната натрия при совместном присутствии в растворе.
13. Определение содержания карбоната и гидрокарбоната натрия при совместном присутствии в растворе.

« Окислительно-восстановительное титрование»

1. Окислительно-восстановительное титрование. Особенности реакций окисления-восстановления. Окислительно-восстановительный потенциал., его зависимость от природы окислителя и восстановителя, температуры, кислотности среды. Уравнение Нернста. Определение направления реакций окисления-восстановления.

2. Требования к окислительно-восстановительным реакциям, используемым в титриметрическом анализе. Методы окислительно-восстановительного титрования в химическом анализе. Титранты.

3. Кривая титрования. Скачок титрования, его зависимость от различных факторов. Титрование смесей окислителей (восстановителей).

4. Окислительно-восстановительные индикаторы. Требования к индикаторам.

5. Безиндикаторное титрование. Сущность метода перманганатометрии. Какие вещества можно определить методом перманганатометрии? Как определяется конец титрования в перманганатометрии?

6. Определение восстановителей в перманганатометрии – методе окислительно-восстановительного титрования. Установление концентрации раствора KMnO_4 по исходному веществу - раствору $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Определение точки эквивалентности.

7. Какие вещества (окислители или восстановители) и с какими значениями стандартного электродного потенциала можно определять прямым титрованием KMnO_4 ? ($\varphi^0_{\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}} = 1,51 \text{ В}$). Определение железа (2) в соли Мора .

«Комплексонометрия»

1. Комплексные соединения. Основные положения координационной теории. Строение комплексных соединений.
2. Химическая связь в комплексных соединениях . Координационное число. Дентатность лигандов. Внутриккомплексные соединения.
3. Диссоциация комплексных соединений. Устойчивость комплексов. Константы нестойкости и устойчивости.
4. Комплексонометрическое титрование. Комплексоны. Требования к реакциям комплексонометрического титрования
5. Факторы, влияющие на процесс комплексообразования. Эффективная константа устойчивости.

6. Кривые комплексонометрического титрования. Расчет. Факторы, влияющие на величину скачка титрования. Влияние разбавления раствора на величину рМ.
7. Способы обнаружения конечной точки титрования. Металлоиндикаторы.
8. Методы комплексонометрического титрования : прямое, обратное, вытеснительное и косвенное.
9. Прямое и обратное титрование катионов алюминия раствором ЭДТА.
10. Условия титрования смеси катионов в одной аликвоте.
11. Причина индикаторных погрешностей при комплексонометрическом титровании.
12. Определение жесткости воды комплексонометрическим методом.
13. Определение металлов в растворах (уравнения реакций, условия определения, индикатор).

Экстракция

1. Основные законы и количественные характеристики.
2. Закон распределения. Константа распределения, коэффициент распределения. Классификация экстракционных процессов.
3. Способы осуществления экстракции.
4. Практическое использование.
5. Разделение элементов методом экстракции.
6. Основные органические реагенты, используемые для разделения элементов методом экстракции.
7. Селективное разделение элементов методом подбора органических растворителей, изменение рН водной фазы, маскирования и демаскирования.
8. Приборы для экстракции.

Хроматография

1. Определение хроматографии.
2. Понятие о подвижной и неподвижной фазах.
3. Классификация методов по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по механизму разделения, по технике выполнения.
4. Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный).
5. Основные параметры хроматограммы. Основное уравнение хроматографии.
6. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория. Разрешение как фактор оптимизации хроматографического процесса.
7. Качественный и количественный хроматографический анализ.
8. Газо-жидкостная хроматография. Аппаратура. Подготовка к работе. Детекторные системы. Применение.
9. Возможности хроматографии как для разделения, так и для анализа веществ.

«Физические и физико- химические (инструментальные) методы анализа»

Спектроскопические методы анализа

Общая характеристика и классификация спектральных методов анализа (по природе частиц, взаимодействующих с излучением (атомные, молекулярные); характеру процесса (абсорбционные, эмиссионные); диапазону электромагнитного излучения).

Атомные и молекулярные спектры, их происхождение, вид и основные характеристики.

Спектры атомов. Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы, правила отбора. Вероятности электронных переходов и времена жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина. Причины уширения спектральных линий.

Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Электронные, колебательные и вращательные спектры молекул. Зависимость вида спектра от агрегатного состояния вещества.

Абсорбционная спектроскопия: сущность и особенности наиболее распространенных в аналитической практике методов. Фотометрический анализ. Основной закон светопоглощения, оптическая плотность, пропускание, молярный коэффициент светопоглощения. Аддитивность светопоглощения. Условия соблюдения закона Бугера-Ламберта-Бера. Главные причины отклонения от основного закона светопоглощения (инструментальные и физико-химические).

Классификация аппаратуры с точки зрения способа монохроматизации (фотометры, спектрофотометры). Выбор оптимальных условий фотометрического определения. Способы определения концентрации вещества в практике фотометрических измерений: метод градуированного графика, метод добавок. Достоинства и недостатки каждого из них. Расчеты в фотометрическом анализе.

Определение меди методом дифференциальной фотометрии.

Люминесцентный анализ

1. Какова природа люминесцентного излучения?
2. Чем объясняется смещение максимума спектра люминесценции в область больших длин волн по сравнению со спектром поглощения?
3. На чем основан качественный люминесцентный анализ? Как проводят качественные определения методом люминесценции?
4. От чего зависит интенсивность люминесцентного излучения? Как она связана с концентрацией?
5. Энергетический и квантовый выходы люминесценции.
6. Достоинства и недостатка метода.

Рефрактометрия

1. Показатель преломления, от каких факторов он зависит?
2. Что называется углом полного внутреннего отражения?
3. Как изменяется угол полного внутреннего отражения с изменением показателя преломления?
4. Поляризация и рефракция. Методы определения. Как рассчитать молярную и удельную рефракции? Правило аддитивности.
5. Определение строения вещества по показателю преломления жидкости.
6. Типы рефрактометров. Принцип работы рефрактометров.
7. Области применения рефрактометрического метода.

Потенциометрический анализ

1. Причина возникновения разности потенциалов между металлом и раствором его соли. Равновесный электродный потенциал.
2. Математическое выражение зависимости величины электродного потенциала от концентрации определяемых ионов в растворе (уравнение Нернста).
3. Стандартный электродный потенциал и его измерение.
4. Сущность потенциометрического метода анализа,
5. область его применения, достоинства и недостатки.
6. Точность и чувствительность метода.
7. Требования к индикаторному электроду и электроду сравнения. Типы индикаторных электродов. Электроды сравнения. Хлорсеребряный электрод.
8. От концентрации каких ионов зависит потенциал хлорсеребряного электрода. Напишите уравнение Нернста для хлорсеребряного электрода.

9. Металлические и мембранные индикаторные электроды. Электроды первого и второго рода.
10. Стекланный электрод, его устройство, достоинства и недостатки. Электродная реакция.
11. Объясните характер кривой титрования при титровании карбоната натрия раствором соляной кислоты.
12. Интегральная и дифференциальная кривые титрования при титровании карбоната натрия соляной кислотой.
13. Требования к реакциям, используемым в потенциометрическом титровании.
14. Отличие прямой потенциометрии от потенциометрического титрования.
15. Определение конечной точки титрования (эквивалентного объема).
16. Обратимые и необратимые окислительно-восстановительные системы.
17. Напишите уравнение Нернста для окислительно-восстановительного электрода, на котором протекает реакция:
 а) $\text{Fe}^{2+} - 1 e = \text{Fe}^{3+}$
 б) $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6 e = 2 \text{Cr}^{3+} + 7 \text{H}_2\text{O}$.
18. Определение щелочности воды.
19. Определение хрома.

Вольтамперометрический анализ

1. Вольтамперометрия. Сущность метода, определение.
2. Каковы характерные особенности ячейки для вольтамперометрических измерений и чем они обусловлены.
3. Классическая полярография. Сущность ее, электроды. Устройство, достоинства и недостатки ртутного капаящего микроэлектрода.
4. Условия регистрации полярограмм. На что расходуется внешнее напряжение, налагаемое на полярографическую ячейку? Индифферентный электролит, его роль. Зачем нужно удалять из раствора растворенный кислород перед регистрацией полярограммы?
5. Вольтамперная кривая, ее характеристики (конденсаторный ток, потенциал выделения, предельный ток). При каких условиях предельный ток является диффузионным? Почему величина $E_{1/2}$ характеризует природу деполяризатора?
6. Зависимость диффузионного тока от концентрации деполяризатора: уравнение Ильковича. Изобразите кривые зависимости величины диффузионного тока от концентрации деполяризатора и покажите как выбирается рабочий потенциал для амперометрического титрования.
7. Уравнение обратимой полярографической волны. Какую информацию можно получить из него?
8. Качественный полярографический анализ. Влияние состава фонового электролита на величину $E_{1/2}$. В каких случаях возможно одновременное полярографическое определение нескольких веществ?
9. Количественный полярографический анализ. Методы определения концентрации (градуировочного графика, стандартов, добавок)
10. Приемы в полярографии для повышения чувствительности и разрешающей способности.
11. Форма и характеристики классической, осциллографической и переменного-токовой полярограмм
12. Вольтамперометрия. Индикаторные электроды. Вид вольтамперограмм, полученных на стационарном и вращающемся твердых электродах.
13. Инверсионная вольтамперометрия. Ее суть. Чем обусловлена высокая чувствительность метода?

14. Амперометрическое титрование, принцип метода, электроды. Типы кривых титрования. Преимущества амперометрического титрования перед прямой вольтамперметрией.

Кондуктометрия

1. Теоретические основы метода. Электропроводность растворов (удельная, эквивалентная).
2. Электрофоретический и релаксационные эффекты.
3. Покажите, при каких условиях удельная электропроводность численно равна силе тока, проходящего через сечение раствора поверхностью 1 м^2 .
4. Почему измерения электропроводности растворов электролитов обычно проводят с использованием переменного тока?
5. Представьте графическую зависимость удельной электропроводности от концентрации для слабых и для сильных электролитов. Почему в обоих случаях на кривых наблюдается максимум?
6. От каких факторов зависит удельная электропроводность раствора? Как найти ее величину для смеси растворов?
7. Как зависит эквивалентная электропроводность от разбавления для сильных и слабых электролитов? В каком случае достигается предельное значение электропроводности. Почему?
8. В каких случаях применяют методы прямой кондуктометрии?
9. Кондуктометрическое титрование. Вид кривых кондуктометрического титрования. Примеры. Особенности и достоинства метода.
10. Какие эффекты возникают в растворе электролита под действием тока высокой частоты?
11. Высокочастотное титрование. Типы измерительных ячеек. Поляризация молекул в поле высокой частоты (ориентационная и деформационная). Активная и реактивная составляющие электропроводности ячейки. Возможности и ограничения метода.
12. Определение бария методом высокочастотного титрования титрования.

Кулонометрия

1. В чем сущность кулонометрического метода анализа?
2. Какие законы лежат в его основе? Что характеризует выход по току? Почему при кулонометрических измерениях необходим 100% выход по току?
3. Кулонометрия прямая и косвенная (потенциостатическая и гальваностатическая).
4. Потенциостатическая кулонометрия. Выбор величины потенциала. Определение времени электролиза. Способы определения количества электричества.
5. Кулонометрическое титрование. Генераторный электрод. Электрогенерированный титрант. Вспомогательный реагент. Особенности кулонометрического титрования, достоинства и недостатки метода.

Статистическая обработка результатов анализа

1. Приведите классификацию погрешностей измерения по способу их выражения.
2. Приведите классификацию погрешностей по характеру вызывающих их причин.
3. Как зависит относительная погрешность измерения объема по бюретке от величины измеряемого объема?
4. Как зависит относительная погрешность взвешивания на аналитических весах от величины навески?
5. Что такое среднее арифметическое значение измеряемой величины?
6. Какими причинами вызваны систематические, случайные и грубые погрешности?
7. Что такое правильность и воспроизводимость экспериментальных данных?

8. Какими способами можно уменьшить систематическую погрешность: титрования, взвешивания, осаждения и промывания осадков, калибрования мерной посуды?
9. Какими статистическими характеристиками определяется случайная погрешность?
10. Что такое стандартное отклонение отдельного измерения?
11. Как пользуясь Q – критерием, можно обнаружить грубые погрешности?
12. Что представляют собой стандартные образцы и для чего их используют?

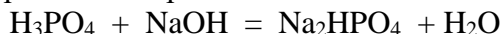
Примеры расчетных заданий:

. Примеры расчетных заданий

Аналитическая химия

1. Какую навеску анализируемого вещества - соли Мора - с массовой долей $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ равной 0,9 необходимо взять для гравиметрического анализа чтобы масса весовой формы осадка Fe_2O_3 была равна 0,150 г ?

2. Вычислите массу фосфорной кислоты, находящейся в растворе, если на титрование этого раствора по приведенному ниже уравнению реакции пошло 20,00 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия.



3. Вычислите pH раствора, полученного при добавлении к 20 мл 0,05 Н раствора NaOH

15 мл 0,06 Н раствора HCl.

4. Мышьяк (III) встречается в природе в виде минерала клаудетита. На титрование 0,210 г минерала израсходовано 29,3 мл 0,052н раствора I_2 . Рассчитайте массовую долю As_2O_3 в образце.

5. Постройте кривую титрования 0,1 Н раствора уксусной кислоты 0,1Н раствором гидроксида натрия. Как выбрать подходящий индикатор?

Физико-химические методы анализа

6. Вычислить потенциал индикаторного металлического электрода относительно электрода сравнения, имеющего потенциал $\varphi_{\text{э.ср.}}$, без учета и с учетом ионной силы раствора при следующих условиях

Электрод	Объем электролита, см ³	Растворенное вещество, его масса или количество	$t, ^\circ\text{C}$	Электрод сравнения	$\varphi_{\text{э.ср.}}, \text{В}$
Pd	100	$\text{FeSO}_4 - 0,01 \text{ моль} - \text{эк}$ $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 - 0,3\text{г}$	22	Каломельный (0,1Н KCl)	0,337

Вычислить pH раствора и концентрацию ионов водорода, если потенциал водородного электрода относительно насыщенного каломельного электрода ($\varphi = 0,438 \text{ В}$) составил 0,315 В.

Раствор вещества FeCl_3 титруют раствором KF. Составьте уравнение химической реакции и, пользуясь значениями подвижностей ионов (табл. 6), определите вид кривой кондуктометрического титрования.

Для определения иодид-ионов использовали кулонометрический метод, титруя иодид-ионы перманганат-ионами, которые электрогенерируются в анодном пространстве в сернокислой среде. Точку эквивалентности установили потенциометрически. Составьте уравнение реакции при титровании. Получены следующие данные, мг : 6,45; 6,48; 6,42; 6,53; 6,50. Оцените наличие грубых погрешностей по Q - критерию. Вычислите стандартное отклонение среднего результата и доверительный интервал при 95 % вероятности. Какова точность определения? Сколько значащих цифр следует указать в результате?

Определить концентрацию ионов MnO_4^- в растворе (г/л), если при амперометрическом титровании 10,0 мл раствором соли Мора (Fe^{2+}) с титром по железу равным 0,00279 г/мл при $E=+1,15$ В получили следующие результаты:

V соли Мора, мл	0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	4,0
I d, мкА	9,0	10,0	15,0	18	20	40	60	90

Написать уравнения химической и электрохимической реакций.

При полярографировании стандартных растворов свинца (II) получили следующие результаты:

$C(Pb) \cdot 10^6$, г/мл	0,50	1,00	1,50	2,00	2,50
h, мм	4,0	8,0	12,0	16,0	20,0

Навеску алюминиевого сплава массой 2,5000 г растворили, раствор разбавили до 50,0 мл. Высота полярографической волны свинца в полученном растворе оказалась равной 6,0 мм. Вычислить массовую долю (%) свинца в алюминиевом сплаве.

Вычислить молярный коэффициент поглощения меди, если оптическая плотность раствора, содержащего 0,48 мг меди в 500 мл, при толщине слоя кюветы 2 см равна 0,14.

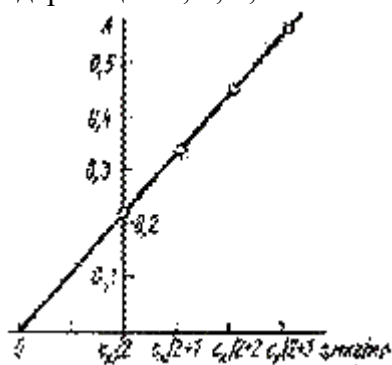
Для определения железа в промышленной воде из 200 мл воды после упаривания и обработки о-фенантролином было получено 50 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность этого раствора при толщине кюветы 2 см оказалась равной 0,92. Определить содержание железа (в мг/л), если молярный коэффициент поглощения этого окрашенного соединения равен 1100.

Вычислить молярную рефракцию четыреххлористого углерода CCl_4 , если показатель преломления $n = 1,4603$, а плотность $\rho = 1,604$. Сравните найденную рефракцию с вычисленной по табличным значениям атомных рефракций.

Примеры решения задач

Атомно-абсорбционный анализ

Задача. При определении марганца в сплаве методом добавок навеску массой 0,5000г растворили и разбавили раствор до 200,0 мл. Отобрали четыре одинаковые порции раствора и к каждой порции добавили такие же порции стандартных растворов марганца, содержащих 0; 2; 4; 6 мкг/мл марганца.



На атомно - абсорбционном спектрофотометре измерили оптическую плотность для аналитической линии 279,48 нм, распыляя растворы в пламени ацетилен-воздух. Получили значения оптической плотности соответственно 0,225; 0,340; 0,455; 0,570. Вычислите массовую долю марганца в сплаве (%).

Решение. Принимаем концентрацию исследуемого раствора за c_x . Тогда концентрации измеряемых растворов составляют $c_x/2$; $(c_x/2)+1$; $(c_x/2)+2$; $(c_x/2)+3$ мкг/мл. На

оси абсцисс произвольно выбираем точку $c_x/2$ и откладываем от нее точки: $(c_x/2)+1$; $(c_x/2)+2$; $(c_x/2)+3$. Для построения градуировочного графика на оси ординат откладываем соответствующие точкам значения оптической плотности A .

Считаем, что зависимость A – c линейна, находим положение точки на прямой при $A=0$, экстраполируя построенную по четырем точкам прямую до пересечения с осью абсцисс, как это показано на рисунке. Длина отрезка 0 – $c_x/2$ соответствует $c_x/2=2,0$ мкг/мл. Следовательно, $c_x=4,0$ мкг/мл.

Вычисляем массовую долю (%) Mn в сплаве: $\square (Mn)=(4,0 \cdot 200,0 \cdot 10^{-6} \cdot 100\%) / 0,5 = 0,16\%$ Mn.

Ответ: Содержание Mn в сплаве 0,16%.

"Хроматография"

Задача 1. Определить массовую долю (%) компонентов газовой смеси по следующим данным:

Компонент:	Пропан	Бутан	Пентан	Циклогексан
$S, \text{мм}^2$	175	203	182	35
k	0,68	0,68	0,69	0,85

Решение: Расчеты проводим по **методу внутренней нормализации**, согласно которому:

$$\omega_i = S_i \cdot k_i / \sum S_i \cdot k_i \cdot 100\% ,$$

где ω_i – массовая доля i -го компонента в смеси, %; S_i – площадь пика i -го компонента; k_i – поправочный коэффициент, определяемый чувствительностью детектора к i -му компоненту.

Найдем приведенную суммарную площадь пиков:

$$\sum S_i \cdot k_i = 175 \cdot 0,68 + 203 \cdot 0,68 + 182 \cdot 0,69 + 35 \cdot 0,85 = 412,4.$$

Отсюда массовая доля (%) пропана равна

$$\omega(\text{пропана}) = (175 \cdot 0,68 / 412,4) \cdot 100\% = 28,6\%.$$

Ответ: Массовая доля пропана 28,6%.

Аналогично находим массовые доли ω (%) остальных компонентов смеси: $\omega(\text{бутана}) = 33,46\%$, $\omega(\text{пентана}) = 30,46\%$, $\omega(\text{циклогексана}) = 7,22\%$.

При выполнении анализа по **методу внутреннего стандарта** расчет проводят по формуле

$$\omega_i = (S_i \cdot k_i) / (S_{\text{ст}} \cdot k_{\text{ст}}) \cdot R \cdot 100\% ,$$

где $S_{\text{ст}}$ – площадь пика вещества, введенного в качестве внутреннего стандарта; $k_{\text{ст}}$ – его поправочный коэффициент; R – отношение массы внутреннего стандарта к массе анализируемой пробы.

Задача 2. Реакционную массу после нитрования толуола проанализировали методом газожидкостной хроматографии с применением этилбензола в качестве внутреннего стандарта. Определить процент непрореагировавшего толуола по следующим экспериментальным данным:

Взято толуола, г	12,7500
Внесено этилбензола, г	1,2530
$S_{\text{толуола}}, \text{мм}^2$	307
$k_{\text{толуола}}$	1,01
$S_{\text{этилбензола}}, \text{мм}^2$	352

Решение: Расчет проводят по методу внутреннего стандарта, используя формулу:

$$\omega_i = (S_i \cdot k_i) / (S_{ст} \cdot k_{ст}) \cdot R \cdot 100\%,$$

Подставляем данные задачи в эту формулу:

$$\omega_i = (307 \cdot 1,01) / (352 \cdot 1,02) \cdot (1,2530 / 12,75) \cdot 100 = 8,49\%$$

Ответ: 8,49%.

С примерами выполнения расчетных заданий можно ознакомиться по учебным пособиям:

1. Аналитическая химия. Количественные методы химического анализа: учеб. пособие / С.А Крылова, З.И. Костина, И.В. Понурко. Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, 2017. 128 с

Аналитическая химия. Количественные методы химического анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - [2-е изд., подгот. по печ. изд. 2017 г.]. - Магнитогорск : МГТУ, 2018. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM).
Режим доступа: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=3472.pdf&show=dcatalogues/1/1514287/3472.pdf&view=true>. - Макрообъект.

2. Кислотно - основное титрование в водных растворах [Текст]: учеб.пособие/ С.А. Крылова, З.И. Костина, И.В. Понурко - Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос.техн.ун-та им.Г.И. Носова, 2015.- 65 с. - ISBN 978-5-9967-0666-2.

Кислотно-основное титрование в водных растворах [Электронный ресурс] : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - [2-е изд., подгот. по печ. изд. 2015 г.]. - Магнитогорск : МГТУ, 2017. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Режим доступа: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=2849.pdf&show=dcatalogues/1/1133271/2849.pdf&view=true>. - Макрообъект.

3. Титриметрические методы анализа: окислительно-восстановительное и комплексонометрическое титрование: учеб. пособие / З.И. Костина, Крылова С.А., И.В. Понурко. Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, 2016. -63 с.

Титриметрические методы анализа: окислительно-восстановительное и комплексонометрическое титрование [Электронный ресурс] : учебное пособие / З. И. Костина, С. А. Крылова, И. В. Понурко ; МГТУ. - [2-е изд., подгот. по печ. изд. 2016 г.]. - Магнитогорск : МГТУ, 2017. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Режим доступа: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=3227.pdf&show=dcatalogues/1/1136894/3227.pdf&view=true>. - Макрообъект.

4. Практическое руководство по аналитической химии. Качественный анализ [Текст]: учеб.пособие (гриф УМО по образованию в области хим. технологии и биотехнологии)/ С.А. Крылова, З.И. Костина, И.В. Понурко - Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос.техн.ун-та им.Г.И. Носова, 2015. – 133 с. ISBN 978-5-9967-0680-8

Практическое руководство по аналитической химии. Качественный анализ [Электронный ресурс] : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - Магнитогорск : МГТУ, 2016. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Режим доступа: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=27.pdf&show=dcatalogues/1/1130050/27.pdf&view=true>. - Макрообъект.

5. Практическое руководство по физико-химическим методам анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - Магнитогорск : МГТУ, 2014. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Режим доступа: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=29.pdf&show=dcatalogues/1/1123854/29.pdf&view=true>. - Макрообъект.

Примерные темы рефератов

1. История развития аналитической химии.
2. Аналитическая служба как система
3. Типы реакций, используемых в аналитической химии
4. Методы обнаружения и разделения в аналитической химии
5. Методы пробоотбора.
6. Аналитический контроль сырья и материалов на предприятиях
7. Проблемы анализа производственных сточных вод.
8. Проблемы анализа производственных газообразных выбросов.
9. Аналитический контроль металлургического сырья
10. Аналитический контроль экологических объектов
11. Пути совершенствования аналитического контроля металлургического производства
12. Разделение и концентрирование на основе процессов химического осаждения и соосаждения
13. Коллоидные системы и их использование в химическом анализе
14. Термогравиметрия как метод химического анализа и метод исследования веществ.
15. Индикаторы кислотно-основного титрования.
16. Индикаторы комплексонометрического титрования.
17. Окислительно-восстановительные индикаторы.
18. Адсорбционные индикаторы.
19. Химические методы в анализе объектов окружающей среды.
20. Метрологические основы аналитической химии
21. Электрохимические методы анализа, их классификация Потенциометрический анализ.
22. Потенциометрия. Теоретические основы метода. Основные типы современных потенциометров.
23. Электрохимические методы титрования.
24. Ионметрия. Электроды в ионметрии.
25. Кулонометрический анализ и его применения в экологическом мониторинге.
26. Спектральные методы анализа .Нефелометрия, турбидиметрия и флуориметрия.
27. Типы реакций и органические реагенты в абсорбционной спектрофотометрии. 5. Спектрофотометрическое титрование.
28. Спектральный эмиссионный метод.
29. Качественный анализ хроматографическим методом.

Методические указания к подготовке реферата приведены в приложении.

7 Оценочные средства для проведения промежуточной аттестации

а) Планируемые результаты обучения и оценочные средства для проведения промежуточной аттестации:

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения	Оценочные средства
ПК-20 - Способностью проводить эксперименты по заданным методикам с обработкой и анализом результатов, составлять описания проводимых исследований и подготавливать данные для составления научных обзоров и публикаций		
Знать	<p>Основные определения и понятия аналитической химии;</p> <ul style="list-style-type: none"> – общие закономерности протекания химических процессов ; – классификации методов анализа в аналитической химии; – сущность методов анализа; – устройство и принципы работы используемых в анализах аппаратуры и оборудования – методы статистической обработки результатов измерений 	<p>Качественный анализ. Предмет и методы качественного анализа. Аналитические реакции и их типы. Дробный и систематический качественный анализ.</p> <p>Гравиметрический метод. Сущность гравиметрического анализа. Операции в гравиметрическом анализе.</p> <p>Осаждаемая и гравиметрическая формы. Требования к ним. Гравиметрический фактор.</p> <p>Для чего применяются муфельные печи? Что означает выражение: «прокалить до постоянной массы»?</p> <p>Титриметрические методы. Сущность. Классификация. Требования к реакциям в титриметрии.</p> <p>Способы и методы титрования. Способ пипетирования и отдельных навесок. Прямое титрование. Косвенное титрование: заместительное, обратное.</p> <p>Стандартные и стандартизованные растворы.</p> <p>Кривые титрования. Скачок титрования. Точка эквивалентности и точка конца титрования. Способы установления конечной точки титрования.</p> <p>Кислотно-основное титрование. Титрование сильной кислоты (основания) сильным основанием (кислотой). Вид кривой титрования. Расчет скачков титрования. Значения рН в точке эквивалентности.</p> <p>Титрование слабого основания (кислоты) сильной кислотой (основанием). Вид кривой титрования. Расчет скачков титрования. Значения рН в точке эквивалентности.</p> <p>Выбор индикаторов. Индикаторные погрешности кислотно-основного титрования..</p> <p>Титрование многокислотных оснований и многоосновных кислот. Определение соды</p>

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения	Оценочные средства
		<p>в растворе.</p> <p>Окислительно-восстановительное титрование. Окислительно-восстановительный потенциал, его зависимость от природы окислителя и восстановителя, температуры, кислотности среды. Уравнение Нернста.</p> <p>Определение направления реакций окисления-восстановления. Привести примеры. Окислительно-восстановительное титрование. Классификация. Кривые титрования. Редокс-индикаторы. Их выбор.</p> <p>Титрование смесей окислителей (восстановителей).</p> <p>Сущность метода перманганатометрии. Приготовление и стандартизация титранта. Условия титрования. Определение конечной точки титрования.</p> <p>Комплексонометрическое титрование. Комплексоны. Комплексон 3 (трилон Б) как основной комплексообразующий реагент. Пример уравнения реакции.</p> <p>Кривые комплексонометрического титрования. Расчет. Факторы, влияющие на величину скачка титрования. Влияние разбавления раствора на величину рМ.</p> <p>Способы обнаружения конечной точки титрования. Металлоиндикаторы.</p> <p>Методы комплексонометрического титрования : прямое, обратное, вытеснительное и косвенное. Прямое и обратное титрование катионов алюминия раствором ЭДТА.</p> <p>Практическое применение комплексонометрического титрования (определение ионов кальция, магния, железа).</p> <p>Метрологические основы аналитической химии. Аналитический сигнал. Точность результатов анализа: воспроизводимость и правильность. Погрешности хим.анализа.</p> <p>Доверительный интервал. Предел обнаружения. Обработка результатов измерений.</p> <p>Случайные погрешности. Их оценка. Закон нормального распределения. t-Распределение. Сравнение дисперсий и средних двух методов анализа.</p> <p>Общая характеристика электрохимических методов. Природа аналитического сигнала. Классификация электрохимических методов .</p> <p>Электрохимические ячейки. Индикаторный электрод и электрод сравнения. Равновесные и неравновесные электрохимические системы.</p> <p>Явления, возникающие при протекании тока (омическое падение напряжения, концентрационная и кинетическая поляризация). Поляризационные кривые и их использова-</p>

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения	Оценочные средства
		<p>ние в различных электрохимических методах.</p> <p>Потенциометрия. Прямая потенциометрия. Равновесный потенциал. Измерение потенциала. Обратимые и необратимые окислительно-восстановительные системы. Индикаторные электроды. Металлические и мембранные индикаторные электроды. Электроды первого и второго рода. Электроды сравнения. Хлорсеребряный электрод. Каломельный электрод. Потенциометрическое титрование. Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования; индикаторы.</p> <p>Вольтамперометрия. Основы метода. Особенности электрохимической ячейки. Электроды. Теоретические основы классической полярографии. Устройство, достоинства и недостатки ртутного капающего микроэлектрода. Характеристики полярограммы. Потенциал полуволны. Диффузионный ток. Зависимость диффузионного тока от концентрации деполяризатора: уравнение Ильковича. Практическое применение полярографии. Качественный анализ. Количественный анализ. Методы определения концентрации (градуировочного графика, стандартов, добавок). Возможности и ограничения метода. Амперометрическое титрование. Выбор условий амперометрического титрования. Виды кривых титрования. Примеры практического применения. Преимущества амперометрического титрования перед прямой вольтамперометрией.</p> <p>Кондуктометрия. Теоретические основы метода. Электропроводность растворов (удельная, эквивалентная). Электрофоретический и релаксационные эффекты. Зависимость электропроводности от концентрации электролита в растворе. Электропроводность бесконечно разбавленного раствора. Кондуктометрическое титрование. Вид кривых кондуктометрического титрования. Примеры. Особенности и достоинства метода. Высокочастотное титрование. Типы измерительных ячеек. Поляризация молекул в поле высокой частоты (ориентационная и деформационная). Активная и реактивная составляющие электропроводности ячейки. Возможности и ограничения метода.</p> <p>Кулонометрия. применение законов Фарадея в анализе. Выход по току. Кулонометрия прямая и косвенная (потенциостатическая и гальваностатическая). Потенциостати-</p>

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения	Оценочные средства
		<p>ческая кулонометрия. Выбор величины потенциала. Определение времени электролиза. Способы определения количества электричества.</p> <p>Кулонометрическое титрование. Генераторный электрод. Электрогенерированный титрант. Вспомогательный реагент. Особенности кулонометрического титрования, достоинства и недостатки метода.</p> <p>Спектроскопические методы. Общая характеристика и классификация. Электромагнитный спектр. Взаимодействие электромагнитного излучения с анализируемым веществом. Частицы, формирующие аналитический сигнал: атомные и молекулярные спектры, их происхождение. Взаимосвязь основных характеристик спектральных линий с природой и количеством вещества (качественный и количественный анализ).</p> <p>Молекулярная абсорбционная спектроскопия: ее сущность. Фотометрический анализ. Основной закон светопоглощения, оптическая плотность, пропускание, молярный коэффициент светопоглощения. Аддитивность светопоглощения. Условия соблюдения закона Бугера-Ламберта-Бера.</p> <p>Приборы для фотометрии и спектрофотометрии. Основные узлы приборов для абсорбционных измерений. Выбор оптимальных условий фотометрического определения. Способы определения концентрации.</p> <p>Эмиссионная спектроскопия. Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Классификация видов люминесценции по источникам возбуждения (хемилюминесценция, биолюминесценция, электролюминесценция, фотолюминесценция и др.); механизму и длительности свечения. Флуоресценция и фосфоресценция. Выход люминесценции. Закон Стокса - Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина. Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции. Количественный анализ люминесцентным методом.</p> <p>Рентгеноспектральные методы анализа. Рентгеновские спектры. Механизм возбуждения внутренних электронов. Схема электронных переходов рентгеновского спектра. Характеристическое рентгеновское излучение. Вторичное (флуоресцентное) рентгеновское излучение. Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Энергия излучения.</p> <p>Основные узлы рентгеноспектральных приборов. Качественный РФА. Количествен-</p>

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения	Оценочные средства
		<p>ный РФА. Факторы, влияющие на интенсивность характеристического излучения.</p> <p>Статистическая обработка результатов измерений. Случайные погрешности. Их оценка. Закон нормального распределения. t-Распределение. Сравнение дисперсий и средних двух методов анализа.</p> <p>Разделение элементов методом экстракции. Основные законы и количественные характеристики метода. Закон распределения. Константа распределения, коэффициент распределения. Классификация экстракционных процессов.</p> <p>Разделение элементов методом экстракции. Способы осуществления экстракции. Практическое использование.</p> <p>Основные органические реагенты, используемые для разделения элементов методом экстракции. Селективное разделение элементов методом подбора органических растворителей, изменение рН водной фазы, маскирования и демаскирования.</p> <p>Хроматография. Понятие о подвижной и неподвижной фазах. Классификация методов по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по механизму разделения, по технике выполнения.</p> <p>Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный). Основные параметры хроматограммы. Основное уравнение хроматографии.</p> <p>Селективность и эффективность хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория. Разрешение как фактор оптимизации хроматографического процесса.</p> <p>Качественный и количественный хроматографический анализ.</p> <p>Возможности хроматографии как для разделения, так и для анализа веществ.</p>
Уметь	<ul style="list-style-type: none"> — Проводить исследования по заданной методике — составлять описание проводимых экспериментов; — готовить данные для составления обзоров, отчетов и научных публикаций 	<p>Вычислите массу фосфорной кислоты, находящейся в растворе, если на титрование этого раствора по приведенному ниже уравнению реакции пошло 20,00 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия.</p> $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{NaOH} = \text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ <p>Вычислите рН раствора, полученного при добавлении к 20 мл 0,05 Н раствора</p>

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения	Оценочные средства
	<ul style="list-style-type: none"> — обосновать выбор метода анализа для исследуемых образцов проб; — выполнить анализ объекта; — выполнить расчет результатов анализа 	<p>NaOH 15 мл 0,06 Н раствора HCl. Мышьяк (III) встречается в природе в виде минерала клаудетита. На титрование 0,210 г минерала израсходовано 29,3 мл 0,052н раствора I_2. Рассчитайте массовую долю As_2O_3 в образце.</p> <p>Вычислить молярный коэффициент поглощения меди, если оптическая плотность раствора, содержащего 0,48 мг меди в 500 мл, при толщине слоя кюветы 2 см равна 0,14.</p> <p>Чему равно значение рН для раствора $1,9 \cdot 10^{-2}$ М раствора HNO_3? С какой точностью нужно записать результат вычисления?</p> <p>Предложить метод анализа содержания кислоты в растворе Предложить метод определения железа (3) в растворе Предложить метод определения жесткости воды и выполнить анализ.</p>
Владеть	методами теоретического исследования, методами идентификации химических веществ, классическими методами химического и физико- химического анализа.	<p>Для чего используется центрифуга в химическом анализе? Расскажите основные правила безопасной работы с центрифугой.</p> <p>Какие существуют методы устранения мешающего влияния компонентов? В чем они заключаются?</p> <p>Объясните механизм буферного действия. Как используются буферные системы в химическом анализе?</p> <p>Постройте кривую титрования 0,1 Н раствора уксусной кислоты 0,1Н раствором гидроксида натрия. Как выбрать подходящий индикатор?</p> <p>Запишите результат измерения объема раствора пятнадцать миллилитров, если измерение проводилось а) цилиндром с погрешностью ± 1 мл, б) бюреткой с погрешностью $\pm 0,01$ мл?</p> <p>Записать результат вычисления $2,5 \cdot 3,75$.</p> <p>Расскажите, как провести определение серы гравиметрическим методом.</p> <p>Каким будет результат определения кальция – заниженным или завышенным, если: использовать в качестве осадителя оксалат аммония, а полученный осадок промыть чистой водой?</p> <p>Подобрать индикатор для кислотно - основного метода титрования</p>

Структурный элемент компетенции	Планируемые результаты обучения	Оценочные средства
		<p>Повести качественные реакции на обнаружение ионов железа (2) и железа (3) в растворе.</p> <p>Построить калибровочный график и провести анализ на содержание в растворе ионов меди.</p>

б) Порядок проведения промежуточной аттестации, показатели и критерии оценивания:

Промежуточная аттестация по дисциплине «Аналитическая химия и ФХМА» включает теоретические вопросы, позволяющие оценить уровень усвоения обучающимися знаний, и практические задания, выявляющие степень сформированности умений и владений, проводится в форме зачета (3 семестр) и экзамена (4 семестр).

Зачет по данной дисциплине проводится в устной форме по вопросам из списка, доведенного до сведения студентов, вопрос может содержать небольшое практическое задание.

Показатели и критерии оценивания зачета:

– оценку «**зачтено**» студент получает, если может показать знания на уровне воспроизведения и объяснения информации, интеллектуальные навыки решения простых задач, может дать оценку предложенной ситуации.

– оценку «**незачтено**» студент получает, если не может показать знания на уровне воспроизведения и объяснения информации, не может показать интеллектуальные навыки решения простых задач, дать оценку предложенной ситуации.

Экзамен по данной дисциплине проводится в устной форме по экзаменационным билетам, каждый из которых включает 2 теоретических вопроса и одно практическое задание.

Показатели и критерии оценивания экзамена:

– на оценку «**отлично**» (5 баллов) – обучающийся демонстрирует высокий уровень сформированности компетенций, высокий уровень знаний не только на уровне воспроизведения и объяснения информации, но и интеллектуальные навыки решения проблем и задач:

- дается комплексная оценка предложенной ситуации;
- демонстрируются глубокие знания теоретического материала и умение их применять;
- последовательное, правильное выполнение всех практических заданий;
- умение обоснованно излагать свои мысли, делать необходимые выводы.

– на оценку «**хорошо**» (4 балла) – обучающийся демонстрирует средний уровень сформированности компетенций:

- дается комплексная оценка предложенной ситуации;
- демонстрируются достаточные знания теоретического материала и умение их применять; но допускаются незначительные ошибки, неточности
- выполнение всех практических заданий; возможны единичные ошибки, исправляемые самим студентом после замечания преподавателя;
- затруднения при аналитических операциях, переносе знаний и умений на новые, нестандартные ситуации.

– на оценку «**удовлетворительно**» (3 балла) – обучающийся демонстрирует пороговый уровень сформированности компетенций:

- затруднения с комплексной оценкой предложенной ситуации;
- неполное теоретическое обоснование, требующее наводящих вопросов преподавателя;
- выполнение заданий при подсказке преподавателя;
- затруднения в формулировке выводов.

– на оценку «**неудовлетворительно**» (2 балла и ниже) – обучающийся не может показать знания на уровне воспроизведения и объяснения информации

- неправильная оценка предложенной ситуации;
- отсутствие теоретического обоснования выполнения заданий.

8 Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля)

а) Основная литература:

1. Аналитическая химия : учебник / Н.И. Мовчан, Р.Г. Романова, Т.С. Горбунова [и др.]. — Москва :ИНФРА-М, 2018. — 394 с. — (Высшее образование:Бакалавриат). — www.dx.doi.org/10.12737/12562. - Текст : электронный. - URL: <https://new.znaniium.com/document?id=320794>

б) Дополнительная литература:

1. Крылова, С. А. Аналитическая химия. Количественные методы химического анализа : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - [2-е изд., подгот. по печ. изд. 2017 г.]. - Магнитогорск : МГТУ, 2018. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Загл. с титул. экрана. - URL: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=3472.pdf&show=dcatalogues/1/1514287/3472.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный. - Сведения доступны также на CD-ROM.
2. Крылова, С. А. Кислотно-основное титрование в водных растворах : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - [2-е изд., подгот. по печ. изд. 2015 г.]. - Магнитогорск : МГТУ, 2017. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Загл. с титул. экрана. - URL: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=2849.pdf&show=dcatalogues/1/1133271/2849.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный. - Сведения доступны также на CD-ROM.
3. Костина, З. И. Титриметрические методы анализа: окислительно-восстановительное и комплексонометрическое титрование : учебное пособие / З. И. Костина, С. А. Крылова, И. В. Понурко ; МГТУ. - [2-е изд., подгот. по печ. изд. 2016 г.]. - Магнитогорск : МГТУ, 2017. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Загл. с титул. экрана. - URL: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=3227.pdf&show=dcatalogues/1/1136894/3227.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный. - Сведения доступны также на CD-ROM.
4. Крылова, С. А. Практическое руководство по аналитической химии. Качественный анализ : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - Магнитогорск : МГТУ, 2016. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Загл. с титул. экрана. - URL: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=27.pdf&show=dcatalogues/1/1130050/27.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный. - Сведения доступны также на CD-ROM.
5. Крылова, С. А. Практическое руководство по физико-химическим методам анализа : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - Магнитогорск : МГТУ, 2014. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - Загл. с титул. экрана. - URL: <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=29.pdf&show=dcatalogues/1/1123854/29.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный. - Сведения доступны также на CD-ROM.

в) Методические указания:

1. Крылова, С. А. Аналитическая химия. Количественные методы химического анализа : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - Магнитогорск : МГТУ, 2017. - 115 с. : ил., табл. - URL: <https://magtu.informsistema.ru/uploader/fileUpload?name=2709.pdf&show=dcatalogues/1/131778/2709.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный. - Имеется печатный аналог.
2. Крылова, С. А. Практическое руководство по физико-химическим методам анализа : учебное пособие / С. А. Крылова, З. И. Костина, И. В. Понурко ; МГТУ. - Магнитогорск : МГТУ, 2014. - 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). - URL: <https://magtu.informsistema.ru/uploader/fileUpload?name=29.pdf&show=dcatalogues/1/1123854/29.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный.
3. Костина, З. И. Титриметрические методы анализа: окислительно-восстановительное и комплексонометрическое титрование : учебное пособие / З. И. Костина, С. А. Крылова, И. В. Понурко ; МГТУ. - Магнитогорск : МГТУ, 2016. - 63 с. : ил., табл. - URL: <https://magtu.informsistema.ru/uploader/fileUpload?name=1232.pdf&show=dcatalogues/1/122446/1232.pdf&view=true> - Макрообъект. - Текст : электронный. - Имеется печатный аналог.

Методические рекомендации для подготовки к зачету и экзамену

Подготовка к промежуточной аттестации по дисциплине заключается в изучении теоретического материала по конспектам лекций, источникам основной и дополнительной литературы, включая темы самостоятельного изучения, ориентируясь на список контрольных вопросов по соответствующим темам.

При самостоятельном изучении материала рекомендуется заносить в тетрадь основные понятия, термины, формулировки законов, формулы и уравнения, выводы по изучаемой теме. Изучение любого вопроса необходимо проводить на уровне сущности, а не на уровне отдельных явлений. Это способствует более глубокому и прочному усвоению материала.

В случае затруднения при изучении дисциплины следует обращаться за консультацией к преподавателю.

Методические указания к подготовке реферата приведены в приложении.

г) Программное обеспечение и Интернет-ресурсы:

Наименование ПО	№ договора	Срок действия лицензии
MS Windows 7	Д-1227 от 08.10.2018 Д-757-17 от 27.06.2017	11.10.2021 27.07.2018
MS Office 2007	№ 135 от 17.09.2007	бессрочно
FAR Manager	свободно распространяемое ПО	бессрочно
7Zip	свободно распространяемое	бессрочно

Интернет-ресурсы

– Национальная информационно-аналитическая система – Российский индекс научного цитирования (РИНЦ). – URL: https://elibrary.ru/project_risc.asp.

– Поисковая система Академия Google (Google Scholar) – URL: <https://scholar.google.ru/>.

- Информационная система – Единое окно доступа к информационным системам – URL: <http://window.edu.ru/>.
- Федеральное государственное бюджетное учреждение «Федеральный институт промышленной собственности». – Режим доступа: <https://www1.fips.ru/>

9. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Материально-техническое обеспечение дисциплины включает:

Тип и название аудитории	Оснащение аудитории
Учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа	Мультимедийные средства хранения, передачи и представления информации.
Учебная аудитория для проведения лабораторных работ: Химическая лаборатория.	Химическая посуда, реактивы, весы лабораторные равноплечие ВЛР-200, Весы электронные лабораторные ВК-300, Низкотемпературная лабораторная электропечь SNOL10/10, электропечь сопротивления камерная лабораторная СНОЛ 10/10, магнитные мешалки, эл. Плитки.
Учебная аудитория для проведения лабораторных работ: Лаборатория аналитической химии.	Иономер унив. ЭВ-74, рН-метр рН-150М рН-метр Эксперт-рН, Колориметр ф/эл. однол.КФО-УХЛ 4.2, Кондуктометр К-1-4, Мешалка магнитная ПЭ-6110 с подогревом, Спектрофотометр ПЭ-5300 ВИ, Термостатд/терм.вискозим.нефт. по ГОСТ 33-2000, Титратор АТП-02 автоматический, Титратор лабораторный высокочастотный ТВ-6Л1, Аппарат АРНП-ПХП , Центрифуга лабораторная ОПн-8, Весы ВЛР-200(лабораторные) равнопл., Весы электронные ВК-300, Аквадистилятор ДЭ-4.
Учебная аудитория для проведения лабораторных работ: Лаборатория комплексной переработки природных и техногенных ресурсов и металлургических технологий ФГБОУ ВО «МГТУ».	Энергодисперсионный рентгеновский спектрометр «ARL QUANT'X» Thermo Fisher Scientific, дериватограф, нефелометр, спектрофотометр, весы электронные лабораторные ВК-600, магнитные мешалки с подогревом и без подогрева, Мельница вибрационная ММ 400, Пресс автоматический Fluxana Vaneox 40t и др. оборудование для подготовки проб к анализу. Станция насосная электрическая. Компьютер Core i53550+LCD Samsung 22, Весы электронные лабораторные ВК-600, Насос Н2 63,2 с манометром
Учебные аудитории для групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации	Доска, учебные столы, стулья.
Учебные аудитории для самостоятельной работы обучающихся	Персональные компьютеры с пакетом MS Office, выходом в Интернет и с доступом в электронную информационно-образовательную среду университета
Помещение для хранения и профилактического обслуживания	Дистилятор, методические указания по дисциплине, учебные пособия, планы лабораторных работ, журнал

Тип и название аудитории	Оснащение аудитории
ния учебного оборудования: Препараторская	по технике безопасности. Стеллажи для хранения. Лабораторный стол. Инструменты для ремонта и вспомогательные материалы.

Приложение

Методические указания к подготовке реферата и доклада по нему

Реферат - письменная работа студента объемом 10-18 печатных страниц. В реферате дается краткое изложение сущности какого-либо вопроса, темы на основе нескольких первоисточников.

Реферат должен содержать основные фактические сведения и выводы по рассматриваемому вопросу. Помимо реферирования прочитанной литературы, от студента требуется аргументированное изложение собственных мыслей по рассматриваемому вопросу.

Структура реферата:

1. Титульный лист
2. Оглавление
3. Введение. Объем введения составляет 1-2 страницы.
4. Основная часть. В ней логично излагаются главные положения и идеи, содержащихся в изученной литературе. В тексте обязательны ссылки на первоисточники.
5. Заключение. Содержит главные выводы и итоги из текста основной части. В нем отмечается, как выполнены задачи и достигнуты ли цели, сформулированные во введении.
6. Приложение (необязательно). Может включать графики, таблицы, расчеты.
7. Список литературы. Здесь указывается реально использованная для написания реферата литература. Список составляется согласно правилам библиографического описания.

С общими правилами оформления можно ознакомиться по документу [СМК-О-СМГТУ-42-09](#) Курсовые проекты (работы): структура, содержание, общие правила оформления и выполнения

Этапы работы над рефератом

Работу над рефератом можно условно подразделить на три этапа:

1. Подготовительный, включающий изучение предмета исследования.
2. Изложение результатов изучения в виде связного текста.
3. Доклад (устное сообщение) по теме реферата, проиллюстрированное презентацией.

Подготовительный этап

Включает в себя:

- Выбор (формулировку) темы.
- Поиск источников.
- Работа с источниками.

Работу с источниками надо начинать с ознакомительного чтения, т.е. просмотреть текст, выделяя его структурные единицы. При ознакомительном чтении закладками отмечаются те страницы, которые требуют более внимательного изучения. В зависимости от результатов ознакомительного чтения выбирается дальнейший способ работы с источником. Если для разрешения поставленной задачи требуется изучение некоторых фрагментов текста, то используется метод выборочного чтения. Если в книге нет подробного оглавления, следует обратить внимание на предметные и именные указатели. Избранные

фрагменты или весь текст (если он целиком имеет отношение к теме) требуют вдумчивого, неторопливого чтения с выделением 1) главного в тексте; 2) основных аргументов; 3) выводов.

Подготовительный этап работы завершается созданием конспекта, фиксирующего основные тезисы и аргументы. Если в конспекте приводятся цитаты, то обязательно должна быть указана ссылка на источник (автор, название, выходные данные, № страниц).

Создание текста реферата

Текст реферата должен подчиняться определенным требованиям: он должен раскрывать тему, обладать связностью и цельностью.

Раскрытие темы предполагает, что в тексте реферата излагается относящийся к теме материал и предлагаются пути решения содержащейся в теме проблемы.

Связность текста предполагает смысловую соотносительность отдельных компонентов, а цельность - смысловую законченность текста.

Изложение материала в тексте должно подчиняться определенному плану - мыслительной схеме, позволяющей контролировать порядок расположения частей текста. Универсальный план научного текста, помимо формулировки темы, предполагает изложение вводного материала, основного текста и заключения.

Требования к введению. Введение - начальная часть текста. Оно имеет своей целью сориентировать читателя в дальнейшем изложении. Во введении аргументируется актуальность исследования, т.е. выявляется практическое и теоретическое значение данного исследования. Далее констатируется, что сделано в данной области предшественниками; перечисляются положения, которые должны быть обоснованы. Введение может также содержать обзор источников или экспериментальных данных, уточнение исходных понятий и терминов, сведения о методах исследования. Во введении обязательно формулируются цель и задачи реферата. Объем введения составляет примерно 10% от общего объема реферата.

Основная часть реферата. Основная часть реферата раскрывает содержание темы. Она наиболее значительна по объему, наиболее значима и ответственна. В ней обосновываются основные тезисы реферата, приводятся развернутые аргументы, предполагаются гипотезы, касающиеся существа обсуждаемого вопроса. Важно проследить, чтобы основная часть не имела форму монолога. Аргументируя собственную позицию, можно и должно анализировать и оценивать позиции различных исследователей, с чем-то соглашаться, чему-то возражать, кого-то опровергать. Установка на диалог позволит избежать некритического заимствования материала из чужих трудов - компиляции. Изложение материала основной части подчиняется собственному плану, что отражается в разделении текста на главы, параграфы, пункты.

Заключение» (ориентировочный объем 1 страница). Формулируются краткие выводы, вытекающие из выполненной работы.