

Министерство образования и науки Российской Федерации
ФГБОУ ВПО «Ивановский государственный химико-технологический
университет»

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ ПРИ ИЗУЧЕНИИ
ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА**

Составители:
А.И. Лыткин,
Н.В. Чернявская,
Н.М. Березина
Под ред. М.И.Базанова

Иваново 2014

Составители: А.И. Лыткин, Н.В. Чернявская, Н.М. Березина;
Под ред. М.И. Базанова

УДК 543.(07.08)

Методические указания по выполнению самостоятельной работы при изучении физико-химических методов анализа /Сост.: А.И. Лыткин, Н.В. Чернявская, Н.М. Березина; Под ред. М.И. Базанова; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. - Иваново, 2014 - 97с.

Настоящие методические указания предназначены для студентов технологических специальностей ИГХТУ, изучающих вторую часть курса аналитической химии – физико-химические методы анализа (ФХМА).

Указания составлены с целью четко определить объем, виды и последовательность самостоятельной работы по ФХМА, оказать методическую помощь при подготовке к лабораторным работам, коллоквиумам, собеседованиям, докладам и УИРС. Дан список рекомендуемой литературы по изучаемому курсу ФХМА.

Рецензент доктор химических наук, профессор Козловский Е.В.
(Ивановский государственный университет)

ВВЕДЕНИЕ

Изучение курса ФХМА предусматривает как аудиторную, так и внеаудиторную самостоятельную работу студентов. Аудиторные занятия состоят из лекций (15 часов) и лабораторного практикума (60 часов). На самостоятельную работу (СРС) по плану отводится 69 часов. В СРС входит: подготовка к лабораторным работам, выполнение домашних заданий, оформление отчетов к лабораторным работам, подготовка к коллоквиумам, УИРС и зачету.

График контроля самостоятельной работы приведен в табл. 2.

В связи с возрастающей ролью физических и физико-химических методов исследования и анализа и большим объемом теоретического материала (табл. 1) важна роль каждого вида СРС при изучении курса ФХМА.

Практикум по ФХМА (табл. 4) включает в себя 8 лабораторных работ и УИРС (учебно-исследовательская работа студентов), которая определяется выбором преподавателя для формирования повышенного уровня компетенций у студента. Четыре занятия отводится на прием коллоквиумов и собеседований по темам докладов. Всего по плану лабораторный практикум состоит в среднем из 15-16 занятий. Завершается изучение курса ФХМА и прохождение практикума сдачей зачета с оценкой.

Каждое лабораторное занятие начинается с краткого собеседования по теории и практическому выполнению предстоящей лабораторной работы. К выполнению работы студент допускается после удовлетворительного ответа на поставленные вопросы. Для более продуктивной подготовки к лабораторным занятиям даются соответствующие указания для теоретической проработки материала (табл. 3).

В течение семестра студент выполняет 2 обязательных домашних задания, которые также являются необходимым этапом в освоении курса ФХМА. Темы и варианты домашних заданий приведены на в табл. 5-10.

Последовательность сдачи коллоквиумов определяется преподавателем, а сроки – графиком, составленным на каждый семестр. Содержание коллоквиумов, вопросы для самопроверки и список литературы для подготовки даны в разделах 1.7-1.9, 1.11.

Коллоквиумы проводятся в виде свободного диалога между преподавателем и студентом, или путем письменных ответов на вопросы по билетам, а также в виде экспресс-опроса.

Изучение курса ФХМА предусматривает также подготовку студентами докладов и рефератов по отдельным разделам программы. Темы рефератов и докладов, а также литература для их подготовки даны в разделе 2.

Оценки за коллоквиумы и собеседования играют существенную роль в определении общей оценки за семестр.

Темы докладов и УИРС выдаются преподавателем индивидуально для каждого студента с учетом его специальности. Указания по проведению УИРС и ее оформлению содержатся в методическом пособии в разделе 3.

Продуманное и равномерное распределение работы с первого до последнего дня семестра поможет студентам более эффективно освоить курс и избежать перегрузки в конце семестра.

**РАЗДЕЛ 1. СОДЕРЖАНИЕ ЛЕКЦИОННОГО КУРСА,
ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМА, КОЛЛОКВИУМОВ И ЗАЧЕТА**

1.1. СОДЕРЖАНИЕ ЛЕКЦИОННОГО КУРСА

Таблица 1

ПРОГРАММА ЛЕКЦИОННОГО КУРСА

№ лекции	Содержание	Кол-во час.
1.	<p style="text-align: center;">ВВЕДЕНИЕ</p> <p>Сущность ФХМА. Физико-химические и физические методы. Их связь с химическими методами анализа, содержание дисциплины, виды учебной и самостоятельной работы, форма отчетности. Рекомендуемая литература.</p> <p style="text-align: center;">ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА</p> <p>Электромагнитное излучение, его природа и спектр. Атомные и молекулярные спектры, их происхождение и вид. Абсорбционная и эмиссионная спектроскопия. Использование для анализа других видов взаимодействия вещества с электромагнитным излучением - рассеяния, преломления.</p> <p>Абсорбционная молекулярная спектроскопия. Фотометрический анализ. Теоретические основы метода. Молекулярные спектры поглощения, способ их изображения. Происхождение спектров в видимой и ультрафиолетовой областях. Полоса поглощения и её характеристики. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Светопропускание. Молярный коэффициент светопоглощения, оптическая плотность. Причины отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера – химические и инструментальные. Правило аддитивности оптической плотности. Основы количественного анализа веществ по светопоглощению. Определение по собственному поглощению, по поглощению комплексных и органических соединений (примеры). Выбор соединения, наиболее приемлемого для фотометрического анализа. Исследование условий образования окрашенного соединения (влияние прочности комплексного соединения, других ионов, рН, времени развития окраски). Выбор оптимальных условий фотометрического определения. Прямая и косвенная фотометрия. Анализ двухкомпонентных систем. Фотометрическое титрование. Основные узлы приборов для фото-</p>	2

	<p>метрического анализа, их типы и сравнительная характеристика. Фотометры, фотоэлектроколориметры, спектрофотометры – их оптические схемы. Принципы работы, назначение. Автоматические фотометрические титраторы. Их устройство и принцип действия. Применение ЭВМ и микропроцессоров в современных приборах, их возможности. Общая характеристика фотометрических методов анализа: предел обнаружения, точность, селективность, время определения. Способы повышения чувствительности и селективности. Области применения фотометрических методов анализа.</p>	
2.	<p>Происхождение ИК-спектров. Их вид и особенности. Фундаментальные части, обертоны. Приборы для ИК-спектроскопии, характеристика основных узлов. Применение ИК-спектроскопии для идентификации и исследования строения органических соединений. Использование ИК-спектров в неорганической химии. Количественный анализ по ИК-спектрам, его приёмы и области применения.</p> <p>Нефелометрия и турбидиметрия. Физическая сущность нефелометрических и турбидиметрических методов анализа: сходство и различие. Теоретические основы нефелометрии: уравнение Релея, условия его применения. Кажущееся пропускание, кажущаяся оптическая плотность, их связь с концентрацией определяемого вещества. Метод градуировочного графика в нефелометрии. Приборы для нефелометрического анализа, принцип работы. Турбидиметрия, её особенности. Турбидиметрическое титрование, примеры. Аналитическая функция в турбидиметрии, вид градуировочного графика. Приборы.</p>	2
3.	<p>ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА</p> <p>Электрохимические методы анализа (ЭХМА), их общая основа, классификация. Техника эксперимента и основные узлы приборов для ЭХМА. Электрохимическая ячейка. Электролит в ячейке. Индифферентный электролит, его свойства и функции, требования к его составу и виду. Электроды в ячейке, их функции и требования к ним. Электроды металлические - I, II и III рода - принцип и конкретные примеры. Инертные электроды. Мембранные электроды, их устройство и принцип работы. Гомогенные и гетерогенные мембраны.</p>	2

	<p>Теоретические основы метода кондуктометрического анализа, основные термины и понятия. Аналитическая функция (связь свойства с концентрацией). Прямая кондуктометрия – варианты аналитический и графический. Ограничения и области применения прямой кондуктометрии. Кондуктометрическое титрование. Приборы и техника эксперимента. Кривые титрования, расчёты. Титрование смесей двух и более веществ. Титрование в неводных растворителях. Применение кондуктометрии для качественного и количественного анализа веществ. Достоинства и ограничения метода.</p> <p>Высокочастотное титрование, его сущность и особенности. Возникновение кратковременных токов, деформационная и ориентационная поляризация. Типы ячеек для титрования (Q, Z и F ячейки). Кривые титрования. Применение.</p> <p>Теоретические основы метода кулонометрического анализа, законы Фарадея. Гальваностатическая и потенциостатическая кулонометрия. Выход по току, условия максимального выхода. Прямая потенциостатическая кулонометрия, её сущность и виды (электрогравиметрия, внутренний электролиз, электролиз на ртутном катоде). Определение момента завершения электролиза. Измерение заряда. Кулонометрическое титрование при постоянной силе тока. Сущность метода, аппаратура и техника титрования. Способы фиксирования точки эквивалентности. Измерение заряда. Примеры. Особенности и преимущества метода. Применение и достоинства метода кулонометрии.</p>	
4.	<p>Теоретические основы потенциометрического метода. Уравнение Нернста. Измерение электродного потенциала (ЭДС). Принцип компенсационного метода Поггендорфа.</p> <p>Наиболее распространённые в практике потенциометрического анализа электроды: водородный, стеклянный, серебряный, хлорсеребряный, каломельный, платиновый. Их устройство, схематическая запись, уравнение электрохимической реакции, аналитическая функция. Выбор электродов для анализа различных систем. Ионоселективные электроды, и их типы и основные характеристики (интервал наблюдения электродной функции, предел обнаружения, время отклика, коэффициент селективности).</p>	2

	<p>Примеры ИСЭ различных типов, их достоинства и недостатки. Прямая потенциометрия (ионометрия): техника выполнения и методы нахождения концентрации (метод градуировочного графика, метод добавок, метод концентрационного элемента, линейное титрование). Измерение рН со стеклянным электродом.</p> <p>Потенциометрическое титрование. Приборы и техника выполнения. Кривые титрования в интегральном и дифференциальном виде, нахождение точки эквивалентности. Примеры титрования с использованием реакций различных типов. Приборы для автоматического титрования. Принцип их действия.</p>	
5.	<p>Теоретические основы метода вольтамперометрии. Принцип ртутной полярографии Гейровского. Полярографическая волна (полярограмма), её связь с процессами в ячейке. Предельный ток и его составляющие. Диффузионный ток. Условия элиминирования миграционного и конвекционного токов.</p> <p>Качественный анализ с помощью полярограмм: потенциал полуволны, его зависимость от природы вещества и других факторов. Условия идентификации компонентов смеси. Аналитическая функция полярографии, уравнение Ильковича. Методы определения концентрации в полярографии.</p> <p>Твердые микроэлектроды, сравнительная характеристика ртутного и твёрдых электродов. Области применения полярографического анализа, примеры.</p> <p>Амперометрическое титрование: принцип метода, техника выполнения, кривые титрования. Примеры амперометрического титрования. Титрование с двумя индикаторными электродами. Применение метода.</p>	2
6.	<p>ЭКСТРАКЦИЯ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ</p> <p>Распределение веществ между двумя жидкостями. Основные количественные характеристики экстракции. Экстракция хелатов. Экстракционные хелатные системы. Экстракция ионных ассоциатов. Скорость экстракции. Практическое применение, общая характеристика метода.</p> <p>Сущность хроматографии. Классификация методов по агрегатному состоянию фаз. По методике проведения, анализа. Методы хроматографии: проявительная, фрон-</p>	2

	<p>тальная, вытеснительная.</p> <p>Молекулярная адсорбционная хроматография, её сущность. Газовая и газо-жидкостная хроматография, преимущество этих методов. Тонкослойная хроматография, её сущность. Ионообменная хроматография, гель-хроматография.</p> <p>Осадочная хроматография, её варианты. Осадочная хроматография на бумаге, её применение для качественного и количественного анализа. Распределительная хроматография на бумаге, качественный и количественный анализ. Способы количественного определение вещества в хроматографическом анализе (визуальный и инструментальный). Детекторы, применяемые в хроматографии. Автоматические хроматографы. Области применения хроматографического анализа.</p>	
7.	<p>ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ</p> <p>Спектры излучения, их природа и характер. Понятия о квантовых числах. Терм. Мультиплетность. Правила отбора. Разрешённые и запрещённые переходы; резонансные переходы. Связь электронной структуры элемента с эмиссионным спектром.</p> <p>Приборы эмиссионного спектрального анализа, их типы и назначения. Основные узлы приборов для получения эмиссионных спектров. Сравнительная характеристика источников возбуждения (пламя, дуга, искра), достоинства и недостатки каждого. Диспергирующие устройства (призмы, дифракционные решётки), принцип их действия. Способы регистрации спектра (визуальный, фотографический, фотоэлектрический). Особенности визуальной регистрации.</p> <p>Основы качественного эмиссионного анализа. Выбор линий для анализа. Измерение длин волн линий в спектре. Идентификация спектральных линий. Полный и частный качественный анализ. Последние линии.</p> <p>Полуколичественный спектральный анализ. Метод сравнения, метод появления чувствительных линий, метод гомологических пар. Стилоскоп, стилометр.</p> <p>Основы количественного спектрального анализа. Уравнение Ломакина, его эмпирический характер и ограничения. Внутренний стандарт, относительная интенсивность спектральных линий. Гомологическая пара линий.</p>	2

	<p>Основное уравнение фотографических методов эмиссионного анализа. Метод трёх эталонов, метод одного эталона, метод постоянного графика. Характеристика приборов, используемых для расшифровки спектров.</p> <p>Фотоэлектрические методы эмиссионного анализа. Приборы. Принципиальная схема. Достоинства и недостатки фотоэлектрической регистрации.</p> <p>Точность и чувствительность методов эмиссионного спектрального анализа. Оптимальные условия и области применения.</p> <p>Пламенная фотометрия. Принципиальная оптическая схема прибора. Области применения, достоинства и недостатки методов фотометрии.</p> <p>Атомно-абсорбционный спектральный анализ. Теоретические основы метода, основные узлы приборов для атомно-абсорбционного анализа. Качественный и количественный анализ. Практическое применение. Общая характеристика метода.</p>	
8.	<p style="text-align: center;">МАСС – СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ</p> <p>Теоретические основы масс-спектрометрии. Простейшая схема масс-спектрометра. Принцип и особенности его работы. Масс-спектры, их вид и информация, получаемая с их помощью. Применение масс-спектрометрии для аналитических целей. Качественный и количественный анализ. Чувствительность, точность и области применения масс-спектрального анализа.</p>	1

1.2. САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ

Таблица 2

ГРАФИК КОНТРОЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

Неделя	Вид работы	Количество часов на подготовку
2	Подготовка к коллоквиуму по теме «Электрохимические методы анализа»	10
3	Домашнее задание №1	4
5	Коллоквиум по теме «Электрохимические методы анализа»	4
7	Подготовка рефератов и докладов по теме «Хроматографические методы анализа»	6
8	Собеседование по теме «Хроматографические методы анализа»	4
10	Подготовка к коллоквиуму по теме «Фотометрический анализ»	8
11	Домашнее задание №2	4
12	Коллоквиум по теме «Фотометрический анализ»	4
13	Подготовка рефератов и докладов по теме «Атомная эмиссионная спектроскопия»	6
14	Собеседование по теме «Атомная эмиссионная спектроскопия»	4
15	Учебно-исследовательская работа (УИРС)	9
16	Зачет	6
		69 часов

1.3. ПОДГОТОВКА К ЛАБОРАТОРНЫМ ЗАНЯТИЯМ

Для успешного выполнения лабораторного практикума студент должен достаточно хорошо ориентироваться в теоретических вопросах по каждой работе, иметь представление о методике ее выполнения и о соответствующей аппаратуре.

Ниже приводится тематика работ, составляющих лабораторный практикум, и литература, которую необходимо проработать, готовясь к ним. При этом для теоретической подготовки рекомендуется использовать учебник В.П. Васильева [1], а также соответствующее теме методическое пособие кафедры.

Таблица 3

ЛИТЕРАТУРА ДЛЯ ПОДГОТОВКИ К ЛАБОРАТОРНОМУ ПРАКТИКУМУ

Тема лабораторной работы	Теоретический материал по учебнику [1]	Контрольные вопросы [1]
Кондуктометрический анализ Высокочастотное титрование	Гл. 8, п. 8.1- 8.7	№1-8, с. 179
Потенциометрический анализ	Гл. 9, п. 9.1-9.8	№1-9, с.211
Кулонометрическое титрование	Гл. 11, п.11.1, 11.4	№8, с.246
Амперометрическое титрование	Гл. 10, п.10.4	№9, 10, с.230
Хроматографический анализ	Гл. 17, п.17.1, 17.2, 17.9, 17.11, 17.13	№1, 2, 10, 17, 18 с.342
Фотометрический анализ	Гл. 3, п.3.1-3.3, 3.5	№1-6, 9-13, с.91
Нефелометрия и турбидиметрия	Гл.7, п.7.5	№12-17, с.160

1.4. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

Таблица 4

СОДЕРЖАНИЕ И ГРАФИК ВЫПОЛНЕНИЯ ПРАКТИКУМА

№ лаб. работы	Метод. пособие (ссылка)	Тема лабораторной работы
1.1	[2,3]	Кондуктометрическое титрование
1.1.1		Определение соляной и уксусной кислот при совместном присутствии в растворе
1.1.2		Определение содержания NaOH и Na ₂ CO ₃ при совместном присутствии
1.2		Высокочастотное титрование
1.2.1		Определение содержания железа, никеля, кобальта, железа и никеля, железа и кобальта
1.2.2		Определение серы в соединениях
1.2.3		Определение бария в смеси солей
1.2.4		Определение содержания фенолов
1.2.5		Определение содержания глицина
2		Потенциометрический метод анализа
2.1		Прямая потенциометрия
2.1.1		Определение содержания F ⁻ - ионов с помощью ионоселективного электрода
2.2		Потенциометрическое титрование
2.2.1		Определение хлороводородной и борной кислот при их совместном присутствии в растворе с помощью блока автоматического титрования БАТ-15
2.2.2		Определение содержания P ₂ O ₅ в апатитовых концентратах с помощью блока автоматического титрования БАТ-15

2.2.3		Определение хлорид- и иодид-ионов при их совместном присутствии в растворе
2.2.4		Определение хлорид-ионов в красителях
2.2.5		Определение п-толуидина
2.2.6		Косвенное определение алюминия
2.2.7		Определение Mn(II)
2.2.8		Косвенное определение фенола
3	[2,3]	Амперометрическое титрование
3.1		Определение цинка (кадмия)
3.2		Определение хрома в растворе электролита
3.3		Определение свинца
3.4		Определение тиомочевины
3.5		Определение меди
4		Кулонометрический метод анализа
4.1		Определение тиосульфата натрия
4.2		Определение меди
4.3		Определение концентрации уксусной кислоты
5	[2,3]	Хроматографический метод анализа
5.1		Бумажная хроматография
5.1.1		Разделение и качественный анализ смеси катионов
5.1.2		Качественный анализ аминокислот
5.1.3		Определение содержания красителя кислотного фиолетового в чернилах «Радуга-2»
5.1.4		Определение никеля
5.2		Ионообменная хроматография
5.2.1		Определение общей концентрации электролита в растворе (K^+ , Zn^{2+} , Co^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} и др.)
5.2.2		Определение SO_3 в цементе

5.2.3		Концентрирование на катионите ионов меди (II) и марганца (II) и определение их фотометрическим методом
5.2.4		Определение меди (II) в разбавленных растворах после предварительного концентрирования
5.2.5		Разделение железа (III) и меди (II) и их фотометрическое определение
5.2.6		Определение емкости буферного раствора
6	[2,5]	Фотометрический анализ
6.1		Определение индивидуального вещества
6.1.1		Фотометрическое определение железа в присутствии никеля
6.1.2		Определение железа в технической серной кислоте
6.1.3		Определение фторида аммония в электролите фторидного цинкования
6.1.4		Определение P_2O_5 в почвах
6.1.5		Фотометрическое определение фенилендиамина и его производных
6.1.6		Фотометрическое определение этилендиаминтетраацетата натрия (ЭДТА) в растворе
6.1.7		Фотометрическое определение поливинилового спирта (ПВС)
6.1.8		Фотометрическое определение оксиэтилидендифосфоновой кислоты в растворах
6.1.9		Определение фосфора в нитроаммофоске методом дифференциальной фотометрии
6.1.10		Определение меди в электролите латунирования дифференциально-фотометрическим методом

6.2		Фотометрическое определение компонентов смеси веществ
6.2.1		Фотометрическое определение дихромат- и перманганат-ионов при совместном присутствии
6.2.2		Фотометрическое определение железа и никеля при их совместном присутствии
6.2.3		Фотометрическое определение двух красителей при их совместном присутствии в растворе
6.2.4		Фотометрическое определение компонентов смеси двух красителей (графический способ расчета)
6.2.5		Фотометрическое определение Cr(III) и Cr(VI) при их совместном присутствии в растворе
6.3		Фотометрическое титрование
6.3.1		Фотометрическое определение железа (III) и меди (II) при их совместном присутствии
7		Нефелометрический и турбидиметрический анализ
7.1		Фототурбидиметрическое определение кальция
7.2		Турбидиметрическое определение сульфат-иона
7.3		Турбидиметрическое определение свинца
7.4		Турбидиметрическое определение серной кислоты, содержащей хром

1.5. ОБРАЗЕЦ ОФОРМЛЕНИЯ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

05.09.14

Лабораторная работа №1

Фотометрическое определение дихромат- и перманганат-ионов при их совместном присутствии

Сущность работы

В работе используется основной закон светопоглощения (закон Бугера-Ламберта-Бера) и закон аддитивности оптической плотности. Согласно этим законам для смеси двух веществ можно записать:

$$A_{\text{см}(\lambda_1)} = A_{\text{Mn}(\lambda_1)} + A_{\text{Cr}(\lambda_1)} = \ell(\varepsilon_{\text{Mn}(\lambda_1)} \cdot C_{\text{Mn}} + \varepsilon_{\text{Cr}(\lambda_1)} \cdot C_{\text{Cr}}); \quad (1)$$

$$A_{\text{см}(\lambda_2)} = A_{\text{Mn}(\lambda_2)} + A_{\text{Cr}(\lambda_2)} = \ell(\varepsilon_{\text{Mn}(\lambda_2)} \cdot C_{\text{Mn}} + \varepsilon_{\text{Cr}(\lambda_2)} \cdot C_{\text{Cr}}), \quad (2)$$

т.е. оптическая плотность смеси двух веществ ($A_{\text{см}}$) при λ_1 и λ_2 равна сумме оптических плотностей компонентов (A_{Mn} и A_{Cr}) при тех же длинах волн.

Решением этих двух уравнений можно найти C_{Mn} и C_{Cr} (аналитический вариант). Однако из спектров поглощения растворов KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ видно, что величина $A_{\text{Cr}(\lambda_2)}$ незначительна и ею можно пренебречь. Поэтому уравнение (2) упрощается:

$$A_{\text{см}(\lambda_2)} = A_{\text{Mn}(\lambda_2)} = \ell \cdot \varepsilon_{\text{Mn}(\lambda_2)} \cdot C_{\text{Mn}}$$

В связи с этим возможен графический способ (вариант) определения хрома и марганца в их смеси.

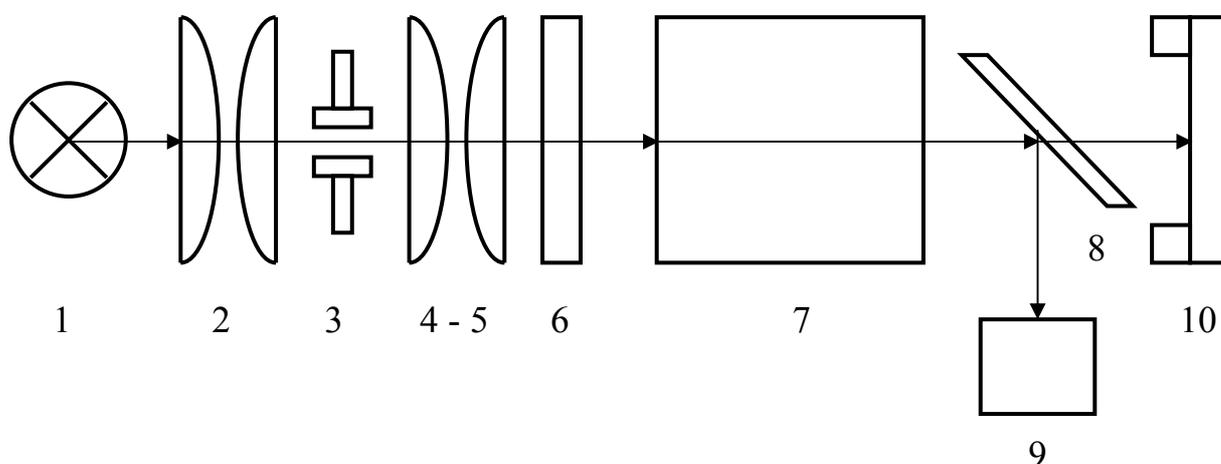
Порядок выполнения работы

1. Подготовка стандартных растворов KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
2. Измерение оптической плотности растворов KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и построение спектров поглощения.
3. Выбор значения λ_1 , соответствующего максимальному поглощению $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, и λ_2 , соответствующего максимальному поглощению KMnO_4 .

- Измерение оптической плотности стандартных растворов KMnO_4 (при λ_1 и λ_2) и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (при λ_1) и построение градуировочных графиков.
- Измерение оптической плотности исследуемого раствора $A_{\text{иссл}}$ при λ_1 и λ_2 и определение с помощью градуировочных графиков $C_{\text{Мп}}$ и C_{Cr} .

Оптическая схема прибора

Измерения оптической плотности проводят на фотоэлектроколориметре КФК-2, используя кювету с толщиной слоя 1 см.



Оптическая схема фотоэлектроколориметра КФК-2:

1 - источник света; 2 – линза; 3 – диафрагма; 4-5 – объектив; 6 - цветной светофильтр; 7 - кювета с исследуемым раствором; 8 - пластина для разделения световых потоков; 9 – фотодиод; 10 - фотоэлемент.

Экспериментальная часть

- Рассчитываем концентрацию стандартных растворов для градуировочных графиков (растворы в колбах 100 мл).

$$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7: C_1 = \frac{T_{\text{Cr}} \cdot V_1}{100} = \frac{1,0401 \cdot 10^{-3} \cdot 10,0}{100} \cdot 10^3 = 10,4 \cdot 10^{-2} \text{ мг/мл},$$

$$C_2 = \frac{T_{\text{Cr}} \cdot V_2}{100} = \frac{1,0401 \cdot 10^{-3} \cdot 15,0}{100} \cdot 10^3 = 15,6 \cdot 10^{-2} \text{ мг/мл},$$

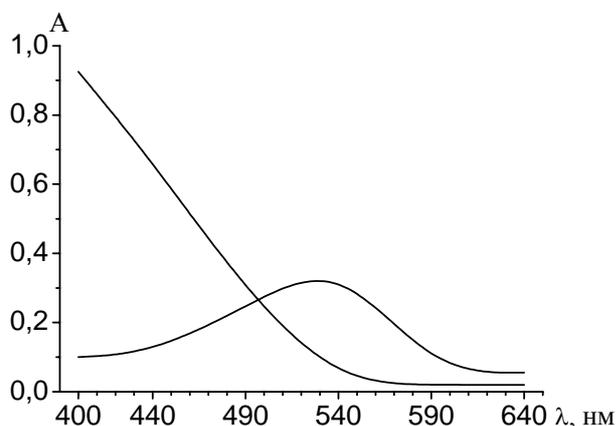
$$C_3 = \frac{T_{Cr} \cdot V_3}{100} = \frac{1,0401 \cdot 10^{-3} \cdot 20,0}{100} \cdot 10^3 = 20,8 \cdot 10^{-2} \text{ мг/мл.}$$

$$\text{KMnO}_4: C_1 = \frac{T_{Mn} \cdot V_1}{100} = \frac{5,28 \cdot 10^{-2} \cdot 10,0}{100} = 5,28 \cdot 10^{-3} \text{ мг/мл;}$$

$$C_2 = \frac{T_{Mn} \cdot V_2}{100} = \frac{5,28 \cdot 10^{-2} \cdot 15,0}{100} = 7,92 \cdot 10^{-3} \text{ мг/мл;}$$

$$C_3 = \frac{T_{Mn} \cdot V_3}{100} = \frac{5,28 \cdot 10^{-2} \cdot 20,0}{100} = 10,56 \cdot 10^{-3} \text{ мг/мл.}$$

2. Фотометрируем растворы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (C_3) и KMnO_4 (C_3) и строим спектры поглощения (данные заносим в таблицу).

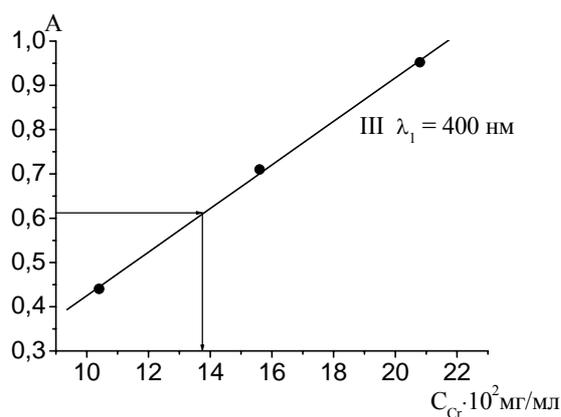
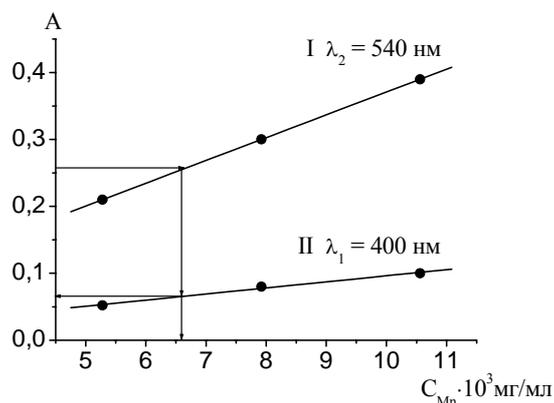


Выбираем рабочие участки спектров: $\lambda_1 = 400 \text{ нм}$, $\lambda_2 = 540 \text{ нм}$.

3. Фотометрируем растворы KMnO_4 (C_1 и C_2) при λ_1 и λ_2 и растворы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (C_1 и C_2) при λ_1 ; строим градуировочные графики I, II и III.

4. Измеряем значения $A_{\text{иссл}}$ при λ_1 и λ_2 .

$\lambda, \text{ нм}$	Оптическая плотность A						Исслед. р-р, вариант №30
	KMnO ₄			K ₂ Cr ₂ O ₇			
	C ₃	C ₂	C ₁	C ₃	C ₂	C ₁	
400	0,100	0,080	0,052	0,925	0,71	0,44	0,68
440	0,112			0,665			
490	0,245			0,290			
540	0,390	0,30	0,21	0,025			0,26
590	0,055			0,020			
640	0,055			0,020			



По значению $A_{cm}(\lambda_2) = 0,26$ и графику I находим:

$$C(\text{Mn}) = 6,6 \cdot 10^{-3} \text{ мг/мл или } m(\text{Mn}) = C(\text{Mn}) \cdot V = 6,6 \cdot 10^{-3} \cdot 100 = 0,66 \text{ мг.}$$

По $C(\text{Mn}) = 6,6 \cdot 10^{-3}$ мг/мл и графику II находим:

$$A_{\text{Mn}}(\lambda_1) = 0,066$$

$$A_{\text{Cr}}(\lambda_1) = A_{\text{cm}}(\lambda_1) - A_{\text{Mn}}(\lambda_1) = 0,68 - 0,066 = 0,614.$$

Используя это значение по графику III, находим:

$$C(\text{Cr}) = 13,7 \cdot 10^{-2} \text{ мг/мл или } m(\text{Cr}) = C(\text{Cr}) \cdot V = 13,7 \cdot 10^{-2} \cdot 100 = 13,7 \text{ мг.}$$

Вывод: В результате проделанной работы освоен метод фотометрического анализа многокомпонентных систем (дихромат- и перманганат- ионы при совместном присутствии), основанный на законе аддитивности. Для расчета применен метод градуировочного графика. При выполнении работы познакомились с выбором оптимальных условий фотометрирования и методикой измерений оптической плотности. По данным экспериментальных измерений и расчетов было получено: $m_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}} = 13,7$ мг и $m_{\text{MnO}_4^-} = 0,66$ мг.

1.6. СОДЕРЖАНИЕ ДОМАШНИХ ЗАДАНИЙ

Студенты в течение семестра выполняют два домашних задания, каждое из которых состоит из 4-х задач по различным разделам ФХМА. По каждому заданию студент получает один из 26-27 имеющихся вариантов.

Все номера задач взяты из «Сборника задач по аналитической химии (физико-химические методы анализа)» [6], из «Сборника вопросов, упражнений и задач» [7] или из «Сборника задач по аналитической химии» [8].

Домашние задания выполняются в отдельной тетради, необходимые графики изображаются на миллиметровой бумаге и приклеиваются в соответствующем месте. На графиках должны быть четко обозначены координаты и результаты графического определения. Условия задач полностью записываются в тетради.

Каждое домашнее задание предшествует соответствующему коллоквиуму и предоставляется преподавателю за неделю до коллоквиума.

Последовательность выполнения домашних заданий может изменяться в зависимости от порядка прохождения практикума и сдачи коллоквиумов.

Варианты домашнего задания №1**(электрохимические методы анализа) по [6]**

(Сборник задач по аналитической химии (физико-химические методы анализа) / М.И. Базанов [и др.]; под ред. М.И. Базанова, В.П. Васильева. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. - Иваново, 2000. - 208 с.)

№ варианта	Кондуктометрия Глава 9	Потенциометрия Глава 10	Вольтамперометрия Глава 11	Электролиз и кулонометрия Глава 12
1.	1	31	12	14
2.	2	29	11	12
3.	3	26(1)	10	10
4.	11(4)	26(2)	1	8
5.	11(5)	25(1)	2	7
6.	12(1)	25(2)	4	27
7.	12(2)	24(1)	5	13
8.	8(1)	24(2)	6(1)	11
9.	8(2)	21	7(1)	12
10.	9	20	8(1)	5
11.	10	19	9(1)	4
12.	11(1)	18	14	3
13.	11(2)	17	18	2
14.	11(3)	16	23	1
15.	12(3)	15	24	6
16.	13(1)	14	6(2)	29
17.	14	13	6(3)	25
18.	15	12	7(2)	24
19.	16(1)	11	8(2)	23
20.	17	10	8(3)	22
21.	18	9	8(4)	21
22.	19	2	9(2)	20
23.	20	1	9(3)	19
24.	21	5(1)	3	18
25.	22	5(2)	13	17
26.	23	25(3)	16	16
27.	25	26(3)	15	15

Варианты домашнего задания №1**(электрохимические методы анализа) по [7]**

(Васильев, В.П. Сборник вопросов, упражнений и задач / В.П. Васильев, Л.А.Кочергина, Т.Д. Орлова. - М.: Дрофа, 2003. - 319 с.)

№ варианта	Кондуктометрия стр.233	Потенциометрия стр.243	Вольтамперометрия стр.256	Электролиз и кулонометрия стр.267
1.	1(1)	11	16(1)	26(1)
2.	2(1)	10	15(1)	25(1)
3.	3(1)	9	14(1)	24(1)
4.	4(1)	8	13(1)	23(1)
5.	5(1)	7(1)	12(1)	22(1)
6.	6(1)	6(1)	11(1)	21(1)
7.	7(1)	12	10(1)	20(1)
8.	8(1)	13	9(1)	19(1)
9.	9(1)	14	7(1)	18(1)
10.	10(1)	15	5(1)	17(1)
11.	11	5(1)	4(1)	16(1)
12.	12(1)	4(1)	3(1)	15(1)
13.	13	3(1)	2(1)	14(1)
14.	14(1)	2(1)	1(1)	13(1)
15.	14(2)	1(1)	1(2)	12(1)
16.	12(2)	16(1)	7(2)	11(1)
17.	10(2)	17	9(2)	10(1)
18.	9(2)	18	10(2)	9(1)
19.	8(2)	16(2)	11(2)	8(1)
20.	7(2)	2(2)	12(2)	14(2)
21.	6(2)	3(2)	13(2)	15(2)
22.	5(2)	4(2)	14(2)	16(2)
23.	4(2)	6(2)	15(2)	17(2)
24.	3(2)	7(2)	16(2)	18(2)
25.	2(2)	16(3)	6(1)	19(2)
26.	1(2)	5(2)	8(1)	20(2)

Варианты домашнего задания №1**(электрохимические методы анализа) по [8]**

(Сборник задач по аналитической химии/ Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова, Р.П. Морозова; под ред. М. И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т - Иваново, 2007. - 120 с.)

№ варианта	Кондуктометрия стр. 85	Потенциометрия стр. 92	Вольтамперометрия стр. 101	Электролиз и кулонометрия стр. 109
1.	20	1	20	1
2.	19	2	19	2
3.	18	3(1)	18	3
4.	17	3(2)	17	4
5.	16	4	16	5
6.	15	5	15	6
7.	14(1)	6	14	7
8.	14(2)	7	13	8
9.	13	8	12	9
10.	12	9	11	10
11.	11	10	10	1
12.	10(1)	11	9	12
13.	10(2)	12	8(1)	13
14.	10(3)	13	8(2)	14
15.	10(4)	14	8(3)	15
16.	10(5)	15(1)	7(1)	16
17.	9	15(2)	7(2)	17
18.	8	16(1)	6(2)	18
19.	7(2)	16(2)	6(1)	19
20.	7(1)	17(1)	5(3)	20
21.	6	17(2)	5(2)	2
22.	5	18	5(1)	3
23.	4	19	4	4
24.	3	20	3	5
25.	2	21	2	6
26.	1	22	1	7

Варианты домашнего задания №2

(абсорбционная спектроскопия, нефелометрия и турбидиметрия) по [6]
 (Сборник задач по аналитической химии (физико-химические методы анализа) / М.И. Базанов [и др.]; под ред. М.И. Базанова, В.П. Васильева. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. - Иваново, 2000. - 208 с.)

№ варианта	Абсорбционная спектроскопия				Нефелометрия и турбидиметрия
1.	8	44	68(2)	85(2)	99
2.	9	45	68(3)	85(3)	100
3.	10	46	69(1)	85(4)	101
4.	11	47	69(2)	86(1)	102(1)
5.	12	48	69(3)	86(2)	102(2)
6.	13	49	70(1)	86(3)	102(3)
7.	14	50	70(2)	88(1)	103(1)
8.	15	51	70(3)	88(2)	103(2)
9.	16	52	77	88(3)	103(3)
10.	17	53	78(1)	88(4)	104(1)
11.	18	54	78(2)	88(5)	104(2)
12.	19	55	78(3)	89(1)	104(3)
13.	20	56	79(1)	89(2)	105(1)
14.	21	57	79(2)	89(3)	105(2)
15.	22	58	79(3)	89(4)	105(3)
16.	23	59	80(1)	89(5)	106(1)
17.	24	60	80(2)	90(1)	106(2)
18.	25	61	80(3)	90(2)	106(3)
19.	26	62	81(1)	90(3)	107(1)
20.	27	63	81(2)	90(4)	107(2)
21.	28	64	81(3)	91(1)	107(3)
22.	29	65	81(4)	91(2)	108(1)
23.	30	66	81(5)	91(3)	108(2)
24.	31	67(1)	82	91(4)	108(3)
25.	32	67(2)	83	91(5)	109
26.	33	67(3)	84	93(1)	110
27.	34	68(1)	85(1)	93(2)	111

Варианты домашнего задания №2**(абсорбционная спектроскопия, нефелометрия и турбидиметрия) по [7]**

(Васильев, В.П. Сборник вопросов, упражнений и задач / В.П. Васильев, Л.А.Кочергина, Т.Д. Орлова. - М.: Дрофа, 2003. - 319 с.)

№ варианта	Абсорбционная спектроскопия; стр.179			Нефелометрия и турбидиметрия; стр.209
1.	1	15(1)	36(2)	1(1)
2.	2	16(1)	35	2(1)
3.	3(1)	17(1)	37(1)	3(1)
4.	4(1)	18(1)	38(1)	4(1)
5.	5(1)	19(1)	39(1)	5(1)
6.	6(1)	20(1)	40(1)	6(1)
7.	7(1)	21(1)	41(1)	7(1)
8.	8	26(1)	42(1)	8
9.	9	27(1)	43(1)	9
10.	10(1)	28	44(1)	7(2)
11.	11(1)	29	45(1)	6(2)
12.	12(1)	30(1)	46(1)	5(2)
13.	13(1)	31(1)	47(1)	3(2)
14.	14(1)	32(1)	48(1)	2(2)
15.	22(1)	33(1)	49(1)	1(2)
16.	23(1)	34(1)	36(2)	1(3)
17.	24(1)	34(2)	37(2)	2(3)
18.	25(1)	33(1)	38(2)	3(3)
19.	5(2)	19(2)	39(2)	5(3)
20.	6(2)	20(2)	40(2)	6(3)
21.	7(2)	21(2)	41(2)	7(3)
22.	10(2)	22(2)	43(2)	8
23.	11(2)	23(2)	44(2)	9
24.	12(2)	24(2)	45(2)	4
25.	13(2)	26(2)	46(2)	6(1)
26.	14(2)	27(2)	47(2)	7(2)

Варианты домашнего задания №2

(абсорбционная спектроскопия, нефелометрия и турбидиметрия) по [8]
 (Сборник задач по аналитической химии/ Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова, Р.П. Морозова; под ред. М. И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т - Иваново, 2007. - 120 с.)

№ варианта	Абсорбционная спектроскопия; стр. 56			Нефелометрия и турбидиметрия; стр.79
1.	28	29(1)	64(2)	1
2.	27	29(2)	64(1)	2
3.	26	30	63(2)	3
4.	25	31	63(1)	4(1)
5.	24	32	62(2)	4(2)
6.	23	33(1)	62(1)	4(3)
7.	22	33(2)	61(2)	5(1)
8.	21	34	61(1)	5(2)
9.	20	35	60(2)	5(3)
10.	19	36	60(1)	6(1)
11.	18	37	59(2)	6(2)
12.	17	38	59(1)	6(3)
13.	16	39	58(3)	7(1)
14.	15	40	58(2)	7(2)
15.	14	41	58(1)	7(3)
16.	13	42	57(3)	8(1)
17.	12	43(1)	57(2)	8(2)
18.	11	43(2)	57(1)	8(3)
19.	10	44(1)	56(3)	9(1)
20.	9	44(2)	56(2)	9(2)
21.	8	45	56(1)	9(3)
22.	7	46	55(2)	10(1)
23.	6	47(1)	55(1)	10(2)
24.	5	47(2)	54(2)	10(3)
25.	4	48(1)	54(1)	11
26.	3	49(1)	53	12

1.7. СОДЕРЖАНИЕ КОЛЛОКВИУМОВ

Коллоквиум №1

Электрохимические методы анализа

Электрохимические методы анализа (ЭХМА), их общая основа и классификация. Основные узлы приборов для ЭХМА.

Сравнительная характеристика методов кондуктометрии, кулонометрии, потенциометрии, вольтамперометрии, их достоинства и недостатки, области применения.

1. Кондуктометрический анализ

Теоретические основы кондуктометрического метода анализа. Зависимость электрической проводимости от природы вещества, температуры, концентрации и свойств растворителя.

Прямая кондуктометрия, ее сущность. Приборы для прямой кондуктометрии, техника выполнения эксперимента. Области применения.

Кондуктометрическое титрование: сущность метода, приборы и техника работы, кривые титрования, способы обработки экспериментальных данных (привести примеры).

Высокочастотное титрование: физические основы метода, особенности аппаратуры и техники титрования. Достоинства и недостатки метода, области применения.

2. Кулонометрический анализ

Теоретические основы метода, законы Фарадея. Классификация методов кулонометрии. Выход по току, условия максимального выхода.

Прямая кулонометрия: сущность, способы измерения количества электричества, установление момента завершения электрохимической реакции. Электрогравиметрия; применение метода прямой кулонометрии.

Кулонометрическое титрование: сущность метода и его особенности, аппаратура и техника титрования. Способы определения конца титрования,

измерение количества электричества. Титрование электрогенерированными H^+ и OH^- - ионами, электрогенерированными окислителями и восстановителями (примеры).

3. Потенциометрический анализ

Теоретические основы метода. Уравнение Нернста. Характеристика электродов: электроды первого, второго рода, ионоселективные электроды. Электроды индикаторные и электроды сравнения, требования, предъявляемые к ним.

Наиболее распространенные в практике электроды: водородный, стеклянный, серебряный, каломельный, хлорсеребряный, платиновые – их устройство, схематическая запись, уравнение электрохимической реакции, зависимость потенциала от концентрации потенциалоопределяющего иона.

Прямая потенциометрия, ее сущность и техника выполнения. Определение рН. Ионометрия, ионоселективные электроды (ИСЭ). Основные типы и характеристики ИСЭ, их достоинства и недостатки, области применения. Методы, используемые для определения концентрации в ионометрии.

Потенциометрическое титрование. Кривые титрования, способы определения точки эквивалентности. Основные узлы приборов для потенциометрического титрования и техника выполнения анализа.

Установки для автоматического титрования. Достоинства и недостатки потенциометрического метода анализа, применение.

4. Вольтамерометрический анализ

Теоретические основы метода. Полярографическая волна (полярограмма). Предельный ток. Электрохимический фон, его роль.

Аппаратура и техника выполнения анализа. Принципиальная схема полярографической установки, типы полярографов, типы электродов. Сравнительная характеристика ртутного электрода и твердых микроэлектродов.

Потенциал полуволны. Качественный полярографический анализ. Зависимость диффузионного тока от концентрации вещества. Уравнение Иль-

ковича. Методы количественного полярографического анализа неорганических и органических соединений.

Амперометрическое титрование: принцип метода, техника выполнения, кривые титрования (примеры). Титрование с двумя индикаторными электродами. Применение метода.

Литература [1-4, 9-18]

Коллоквиум №2

1.Фотометрический анализ

Теоретические основы метода. Спектры поглощения, способы их изображения. Происхождение спектров в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной области спектра, характеристика полосы поглощения: положение, форма и интенсивность. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Светопропускание, оптическая плотность, молярный коэффициент светопоглощения. Причины нарушения закона Бугера-Ламберта-Бера. Правило аддитивности оптической плотности.

Основы качественного анализа по светопоглощению. Идентификация веществ по спектрам поглощения. Применение ИК-спектроскопии для анализа и исследования органических и неорганических соединений.

Основы количественного анализа по светопоглощению в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра. Выбор оптимальных условий анализа. Основные приемы анализа по светопоглощению. Метод градуировочного графика. Метод молярного коэффициента поглощения. Метод дифференциальной фотометрии. Анализ смеси окрашенных веществ.

Сущность и особенности спектрофотометрического титрования. Автоматические титраторы. Приборы и техника выполнения анализа. Основные узлы приборов абсорбционной спектроскопии. Их особенности в зависимо-

сти от используемого при анализе участка спектра. Характеристика приборов.

Области применения, достоинства и недостатки абсорбционного спектрального анализа.

2. Нефелометрия и турбидиметрия

Уравнение Релея, условия его применения. Кажущееся пропускание, кажущаяся оптическая плотность, зависимость этих величин от концентрации определяемого вещества. Турбидиметрия, ее особенности. Турбидиметрическое титрование. Приборы и техника выполнения нефелометрических и турбидиметрических измерений.

Области применения, достоинства и недостатки метода.

Литература [1, 2, 4-5, 9-18]

1.8. ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ К КОЛЛОКВИУМУ №1

Кондуктометрия

1. В чем сущность кондуктометрического метода анализа?
2. Что называют удельной проводимостью и эквивалентной электрической проводимостью? Указать их размерность и записать уравнение связи между ними.
3. Привести схему установки для измерения электрической проводимости растворов.
4. Как влияет на электрическую проводимость: а) свойства электролита, б) концентрация ионов и их подвижность, в) температура.
5. Назвать области применения метода прямой кондуктометрии.
6. Дать понятие подвижностей ионов в растворе. Какие ионы обладают наибольшей подвижностью?

7. Как практически выполняют определение концентрации методом прямой кондуктометрии?
8. Что представляет собой кондуктометрическое титрование и каковы особенности этого метода?
9. Какой вид имеют кривые кондуктометрического титрования для реакций:
а) кислотно-основного взаимодействия; б) осаждения; в) комплексообразования?
10. Как выполняется кондуктометрическое титрование смеси двух веществ?
11. Как осуществляется хронокондуктометрическое титрование? В каких координатах строится кривая титрования?
12. В чем сущность высокочастотного титрования?
13. Каковы особенности измерительной аппаратуры высокочастотного титрования: Z-, Q- и F-метров?
14. Какие типы ячеек используются в высокочастотном титровании? В чем их различие?
15. Указать достоинства, недостатки и области применения высокочастотного титрования.

Электрогравиметрический анализ (электролиз)

1. В чем сущность электрогравиметрического метода анализа?
2. Сформулировать основные законы электролиза.
3. Что называют электрохимическим эквивалентом вещества?
4. Что представляет собой «выход по току» и каким образом его учитывают в расчетах?
5. Указать особенности электролиза при постоянной силе тока. В каких случаях применяют этот метод?
6. Указать особенности электролиза при контролируемом потенциале. Какие задачи решаются с помощью этого метода?

7. Назвать основные узлы установок для электрогравиметрического анализа при постоянной силе тока и контролируемом потенциале.
8. Какие металлы определяют путем осаждения на аноде?
9. Какое значение имеет среда (величина pH) при электрогравиметрических определениях? Привести примеры.
10. Для каких целей при электролизе вводят в анализируемый раствор комплексообразующие вещества?
11. Какими способами можно сократить время электролиза?
12. Указать особенности и области применения электролиза на ртутном катоде.
13. Что представляет собой метод внутреннего электролиза и каковы возможности этого метода анализа?
14. Каковы достоинства и недостатки электрогравиметрического анализа?

Кулонометрия

1. В чем сущность методов прямой кулонометрии и кулонометрического титрования?
2. Какие законы положены в основу кулонометрических определений?
3. Каковы особенности метода кулонометрии при контролируемом потенциале? Привести примеры аналитических определений.
4. Каковы особенности кулонометрического анализа при контролируемой силе тока? Привести примеры аналитических определений.
5. Назвать основные узлы установок потенциостатической кулонометрии и амперостатической кулонометрии.
6. Какими методами измеряют количество электричества в кулонометрии?
7. Привести принципиальную схему установки для кулонометрического титрования.
8. Назвать наиболее распространенные способы фиксирования точки эквивалентности в кулонометрическом титровании.

9. Привести примеры кулонометрического титрования: а) электрогенерированными окислителями; б) электрогенерированными восстановителями; в) с использованием реакций осаждения и комплексообразования; г) с использованием реакций кислотно-основного взаимодействия.
10. Охарактеризовать особенности метода кулонометрического титрования в сравнении с другими методами титрования.
11. Указать достоинства и недостатки кулонометрических методов анализа.

Потенциометрические методы анализа

1. На чем основаны потенциометрические методы анализа?
2. Привести уравнение Нернста для окислительно-восстановительной пары и пояснить смысл входящих в него величин.
3. Что называют электродным потенциалом; от каких факторов зависит его величина?
4. Какие электроды относятся к электродам I рода и какие – к электродам II рода? Привести примеры.
5. Какие электроды называют индикаторными и какие – электродами сравнения? Указать наиболее распространенные электроды сравнения.
6. Привести схему установки для потенциометрических измерений.
7. В чем сущность потенциометрического определения рН раствора? Какие индикаторные электроды могут быть использованы для определения рН?
8. Как устроен стеклянный электрод? Как можно найти стандартный потенциал этого электрода? Указать достоинства и недостатки стеклянного электрода.
9. Охарактеризовать ионоселективные электроды (с твердыми мембранами, жидкими мембранами, газочувствительные электроды). Какие ионы можно практически определять с применением подобных электродов?
10. Каковы возможности метода концентрационного элемента?
11. Указать достоинства и недостатки метода прямой потенциометрии.

12. В чем сущность метода потенциометрического титрования?
13. Привести принципиальную схему установки для потенциометрического титрования.
14. В каких координатах строят кривые потенциометрического титрования? В каких случаях используется интегральная кривая и в каких – дифференциальная кривая?
15. Что представляет собой некомпенсационное титрование?
16. Что представляет собой титрование под током?
17. Указать индикаторные электроды и привести примеры потенциометрического титрования с использованием: а) реакций кислотно-основного взаимодействия; б) реакций осаждения; в) реакций комплексообразования; г) реакций окисления-восстановления.
18. При каких условиях возможно потенциометрическое титрование двух веществ (или ионов), находящихся в смеси? Привести примеры.
19. Что представляет собой дифференциальное титрование и каково достоинство этого метода?
20. Каков принцип работы установки для автоматического потенциометрического титрования?
21. Каковы особенности потенциометрического титрования в неводных средах? Какие требования предъявляются к неводному растворителю?
22. Каковы особенности безводной CH_3COOH как растворителя?
23. Указать наиболее распространенные рабочие растворы для неводного титрования.
24. Как потенциометрическим методом устанавливается нормальность раствора хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте? Записать реакции взаимодействия хлорной кислоты с установочными веществами.
25. Привести примеры потенциометрических определений в среде ледяной уксусной кислоты по методу: а) прямого титрования; б) обратного титрования; в) замещения.

26. Как выполняется потенциометрическое титрование в среде ледяной уксусной кислоты: а) слабых оснований; б) солей органических кислот; в) натриевых солей минеральных кислот; г) аминокислот; д) лекарственных препаратов?
27. Предложить титрант и растворитель для потенциометрического титрования: а) неорганических кислот и их смесей с другими кислотами; б) ароматических кислот; в) аминокислот; г) аминов; д) амидов; ж) фенолов; з) эфиров.

Вольтамперометрия

1. В чем состоит сущность полярографического метода анализа?
2. Начертить поляризационную кривую (полярограмму) и охарактеризовать ее отдельные участки.
3. Привести уравнение полярографической волны и пояснить смысл входящих в него величин.
4. Что называют остаточным током, предельным током, миграционным током, диффузионным током, потенциалом полуволны, потенциалом разложения?
5. Объяснить причину появления максимумов на полярографической кривой. Как они устраняются?
6. С какой целью вводится фоновый электролит при полярографических определениях? Каким требованиям должен он удовлетворять?
7. Начертить принципиальную схему полярографической установки и пояснить назначение отдельных узлов.
8. Какие электроды используются в полярографическом анализе? Каковы их особенности?
9. Каковы достоинства и недостатки: а) ртутного капельного электрода; твердых вращающихся электродов?
10. На чем основан качественный полярографический анализ?

11. От каких факторов зависит потенциал полуволны? Как влияют на его величину изменение солевого фона, рН, добавление веществ, способных к комплексообразованию с электроактивным ионом, природа растворителя, температура?
12. На чем основан количественный полярографический анализ?
13. Как зависит величина предельного (диффузионного) тока от концентрации электроактивного иона, рН раствора, концентрации индифферентного электролита, природы растворителя, температуры?
14. Привести уравнение Ильковича и охарактеризовать входящие в него величины. Каково практическое применение этого уравнения?
15. Какие аналитические приемы используются в количественной полярографии?
16. Вывести расчетную формулу для полярографического определения концентрации вещества (C_x) методом добавок.
17. Назвать области применения, достоинства и недостатки полярографического анализа.
18. В чем сущность амперометрического титрования: а) с одним поляризуемым электродом; б) с двумя поляризуемыми электродами?
19. Привести схему установки для амперометрического титрования с вращающимся электродом.
20. Привести примеры амперометрического титрования с использованием реакций осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления.
21. Назвать области применения, достоинства и недостатки метода амперометрического титрования.

1.9. ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ К КОЛЛОКВИУМУ №2

Фотометрический анализ

1. В чем сущность колориметрического, фотометрического и спектрофотометрического методов анализа?

2. Дать определение следующих понятий: коэффициент пропускания (Т), оптическая плотность (А). В каких пределах изменяются эти величины?
3. Какими уравнениями выражается основной закон светопоглощения Бугера-Ламберта–Бера?
4. Какие факторы могут вызывать нарушение линейной зависимости оптической плотности от концентрации раствора?
5. Будет ли сохраняться линейная зависимость А-С, если:
 - а) состав анализируемого раствора с разбавлением не изменяется, как это наблюдается при определении марганца в виде MnO_4^- ;
 - б) при разбавлении раствора может произойти гидролиз определяемого вещества;
 - в) при разбавлении раствора происходит диссоциация определяемого вещества, например $\text{Fe}(\text{SCN})_3 \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{SCN})_2^+ + \text{SCN}^-$;
 - г) с изменением кислотности происходит сдвиг равновесия, например: $2\text{CrO}_4^{2-} + 2\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{H}_2\text{O}$

Предложить способы, позволяющие предотвратить возможное нарушение линейной зависимости А-С в рассмотренных примерах.

6. Каков физический смысл молярного коэффициента поглощения ϵ ? От каких факторов зависит эта величина?
7. Что называется спектром поглощения? В каких координатах можно его представить?
8. Что определяет число и положение полос в спектре поглощения?
9. Почему спектр поглощения растворов имеет вид полос, а не отдельных линий?
10. Привести уравнение, характеризующее полосу в электронном спектре поглощения и пояснить смысл входящих в него величин?
11. Чем характеризуется высота и форма максимума в спектре поглощения? От каких факторов зависят эти величины?

12. Какое влияние оказывает растворитель на электронный спектр молекулы?
Что называется батохромным и гипсохромным эффектом (сдвигом)?
13. Какие примерные величины молярного коэффициента погашения соответствуют запрещенным и разрешенным энергетическим переходам?
14. Какие электронные переходы обуславливают большую высоту максимума в спектре поглощения: внутри атома или от атома к атому?
15. Какова природа светопоглощения в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасном участках спектра?
16. Что происходит с энергией, поглощаемой молекулой? Нарисовать схему основных переходов, связанных с поглощением и потерей молекулами энергии.
17. Как зависит относительная погрешность измерения светопоглощения от величины пропускания? Рассчитать оптимальные значения T и A , при которых обеспечивается наименьшая относительная ошибка измерения.
18. Как рассчитать минимальную, оптимальную и максимальную концентрации определяемого вещества в растворе при известном значении ε ?
19. Предложить наиболее чувствительные реакции для фотометрического определения: а) Al, б) Zn, в) Bi, г) Co, д) Cd, е) Cr, ж) Fe, з) Mn, и) Ni, к) Pb, л) Ti, м) V, н) W. Выбор обосновать, пользуясь «Справочником по аналитической химии», Ю.Ю. Лурье, М.: Химия, 1979., с.373.
20. Привести примеры фотометрического определения веществ с использованием химических реакций: а) комплексообразования; б) образования малорастворимых соединений; в) окисления-восстановления; г) синтеза и разрушения органических соединений.
21. Привести примеры фотометрических определений неорганических веществ по собственному светопоглощению.
22. Наличие каких группировок в молекуле органического вещества обуславливает поглощение света в ультрафиолетовой и видимой области?

23. Как производится выбор оптимальных условий фотометрических определений: а) длины волны; б) толщины светопоглощающего слоя (кюветы); в) концентрации?
24. В чем сущность фотометрических методов: а) градуировочного графика; б) среднего значения молярного коэффициента поглощения; в) одного стандартного раствора?
25. В каких случаях используют метод дифференциальной спектрофотометрии? Каковы особенности и достоинства этого метода?
26. В чем сущность метода добавок? Вывести формулу для расчета концентрации определяемого вещества этим методом.
27. Что означает свойство аддитивности оптической плотности и как оно используется в фотометрическом анализе?
28. Каким образом выполняется фотометрическое определение смеси двух веществ, если спектры поглощения определяемых компонентов: а) не накладываются друг на друга; б) частично накладываются друг на друга; в) накладываются друг на друга на протяжении всей исследуемой области спектра?
29. Каковы особенности фотометрического определения без предварительного разделения: а) железа в присутствии никеля; б) хрома и марганца при совместном присутствии; в) молибдена и ванадия при совместном присутствии; г) двух красителей; д) рН раствора с использованием цветных индикаторов?
30. В чем сущность фотометрического титрования? Каковы особенности этого метода и области его применения?
31. Начертить кривые фотометрического титрования в координатах $A-V$, мл и привести конкретные примеры для следующих случаев: а) определяемый компонент и титрант не поглощают, а продукт реакции поглощает свет; б) определяемый компонент поглощает, а титрант и продукт реакции не поглощают свет; в) определяемый компонент и продукт реакции не по-

- глощают свет, а титрант поглощает; г) определяемый компонент и титрант поглощают, а продукт реакции света не поглощает.
32. Каковы особенности спектрофотометрии в ультрафиолетовой области спектра?
 33. Привести примеры качественного и количественного определения по поглощению в ультрафиолетовой области спектра.
 34. Каковы особенности спектрофотометрии в инфракрасной области спектра?
 35. Какие из приведенных молекул могут взаимодействовать с ИК-излучением: O_2 , N_2 , CCl_4 , CS_2 , $CHCl_3$, $C_6H_5NO_2$? Что происходит с молекулой при поглощении ИК-излучения?
 36. Назовите основные типы молекулярных колебаний.
 37. Что такое функциональная группа? Как производится идентификация функциональных групп с помощью ИК-спектров? Что такое характеристические частоты?
 38. Как выполняется структурный анализ по ИК-спектрам с помощью характеристических частот?
 39. В чем сущность количественного анализа в ИК-области спектра по методу базовой линии?
 40. Привести примеры количественного определения веществ по поглощению в ИК-области спектра: а) органических соединений; б) неорганических соединений.
 41. Каковы особенности спектроскопии комбинационного рассеяния? Сравнить достоинства и недостатки методов ИК- и КР-спектроскопии.
 42. Назвать основные узлы приборов для анализа по светопоглощению. Каково назначение каждого из этих узлов?
 43. Назвать фотометрические приборы, предназначенные для работы в а) видимом участке, б) ультрафиолетовом участке, в) инфракрасном участке спектра.

44. Назвать основные источники света, монохроматизаторы, приемники света (детекторы), используемые в а) фотоэлектроколориметре типа ФЭК-М; б) фотоэлектроколориметре типа КФО; в) фотоэлектроколориметре типа КФК.
45. В каких спектральных интервалах в качестве источника света используются: лампа накаливания, водородная лампа, штифт Нернста, силовый глобар, ртутная лампа, лазер?
46. Сравнить достоинства и недостатки монохроматизаторов: светофильтров, призм и дифракционных решеток.
47. Сравнить достоинства и недостатки светофильтров: желатинового, стеклянного и интерференционного.
48. Из каких материалов изготавливают оптические детали приборов абсорбционной спектроскопии? Чем обусловлен выбор материала?
49. В каких областях спектра применяются следующие приемники света: а) глаз человека; б) фотоэлементы; в) термоэлементы.
50. Дать сравнительную оценку и объяснить принцип действия фотоэлементов с внешним, вентильным и внутренним фотоэффектом.
51. Назвать основные характеристики фотоэлементов.
52. Объяснить принцип действия фотоумножителей и указать области их применения.
53. Начертить оптическую схему и пояснить особенности устройства приборов: а) фотоэлектроколориметра ФЭК-М; б) фотоэлектроколориметра КФО; в) фотоэлектроколориметра КФК.
54. Привести примеры фотометрических определений элементов: а) при анализе металлов и сплавов; б) при анализе природных и сточных вод; в) при анализе микроэлементов в почвах; г) при анализе органических красителей; д) при анализе воздуха промышленных предприятий; е) при анализе биологических объектов; ж) при анализе растений; з) при анализе продуктов химических производств (по специальности).

55. Охарактеризовать достоинства и недостатки методов анализа, основанных на светопоглощении.

Нефелометрия и турбидиметрия

1. В чем сущность метода нефелометрии, метода турбидиметрии?
2. Привести основной закон светорассеяния (уравнение Релея) и охарактеризовать величины, входящие в это уравнение.
3. Как зависит интенсивность рассеянного света: а) от спектральной характеристики падающего излучения; б) от размера рассеивающих частиц?
4. Исходя из уравнения Релея, вывести зависимость кажущейся оптической плотности от концентрации вещества.
5. Какой вид имеют графики зависимости $A_{\text{каж}}$ от C ; $T_{\text{каж}}$ от C и $A_{\text{каж}}$ от $\lg C$?
6. Как связана интенсивность света, прошедшего через мутную среду, с концентрацией вещества?
7. Привести оптическую схему нефелометра (НФМ), объяснить принцип его работы.
8. Какие приборы используют в методе турбидиметрии?
9. Привести оптическую схему и объяснить принцип работы абсорбциометра – нефелометра ЛМФ.
10. Какие условия необходимо соблюдать при обеспечении достаточной точности нефелометрических и турбидиметрических определений?
11. Почему основным приемом анализа в нефелометрии и турбидиметрии является метод градуировочного графика?
12. В чем сущность: а) метода эталонной шкалы; б) метода градуировочного графика; в) метода добавок?
13. В чем сущность нефелометрического и турбидиметрического титрования?
14. Какой вид имеют кривые фотонейфелометрического и фототурбидиметрического титрования?

15. Назвать достоинства и недостатки методов нефелометрии и турбидиметрии.

1.10. ПРОГРАММА ЗАЧЕТА ПО ФХМА

Зачет назначается после выполнения всего практикума, домашних заданий и сдачи коллоквиумов. Дата сдачи зачета выбирается по согласованию с группой вне расписания.

Если студент хорошо и ритмично работал в течение семестра, выполнил лабораторные работы с хорошим результатом и сдал все коллоквиумы с оценкой «4» или «5», зачет можно ограничить компьютерным тестированием. В противном случае зачет проходит в виде собеседования по всему материалу, составляющему программу лекционного курса. На итоговую оценку влияет качество теоретической и экспериментальной работы в течение всего семестра, в том числе и качество выполнения УИРС, степень самостоятельности при выполнении работы, использование полученных навыков и знаний, качество выполнения результатов и т.д. Поэтому передача зачета на более высокую оценку допускается лишь в исключительных случаях с предъявлением повышенных требований к студенту и при условии отличного выполнения практических работ.

1.11. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ К РАЗДЕЛУ 1

1. Васильев, В.П. Аналитическая химия. Кн.2. Физико-химические методы анализа /В.П. Васильев. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Дрофа, 2002. – 384 с.
2. Васильев, В.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум /В.П. Васильев, Р.П. Морозова, Л.А. Кочергина; под ред. В.П. Васильева. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Дрофа, 2004. – 416 с.
3. Базанов, М.И. Физико-химические методы анализа (электрохимические и хроматографические методы анализа): лабораторный практикум / М.И. Базанов, Л.А. Кочергина, Р.П. Морозова, В.В. Черников; под ред. М.И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. - Иваново, 2012. – 117 с.
4. Чернявская, Н. В. Руководство по проведению семинарских занятий по физико-химическим методам анализа: метод. указания / Н. В. Чернявская, А. И. Лыткин, С. В. Душина; под ред. М. И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. - Иваново, 2012. - 67 с. (библ. №132).
5. Филимонов Д.А. Лабораторный практикум по физико-химическим методам анализа (фотометрия и турбидиметрия) / Д.А. Филимонов, А.В. Волков, Л.А. Кочергина, Н.Г. Дмитриева; под ред. М.И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. Иваново, 2011. – 128 с. (библ. №186).
6. Сборник задач по аналитической химии (физико-химические методы анализа) / М.И. Базанов [и др.]; под ред. М.И. Базанова, В.П. Васильева. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. - Иваново, 2000. - 208 с.
7. Васильев, В.П. Сборник вопросов, упражнений и задач / В.П. Васильев, Л.А.Кочергина, Т.Д. Орлова. - М.: Дрофа, 2003. - 319 с.
8. Сборник задач по аналитической химии/ Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова, Р.П. Морозова; под ред. М. И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т - Иваново, 2007. - 120 с.
9. Крешков А.П. Основы аналитической химии: В 3 т.: Учебник для химико-технол. спец. вузов. - 4-е изд., перераб. Т.3. Физические и физико-

- химические (инструментальные) методы анализа / А.П. Крешков. - М.: Химия, 1977. - 457 с.
10. Основы аналитической химии. В 2 кн.: Методы химического анализа / под ред. Ю.А. Золотова. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высш. шк., 1999. - 494 с.
 11. Скуг Д., Основы аналитической химии. В 2 кн. / Д. Скуг, Д. М. Уэст. – М.: Мир, 1979. - 888с.
 12. Золотов Ю.А., Концентрирование микроэлементов / Ю.А. Золотов, Н.М. Кузьмин. - М.: Химия, 1982. - 288 с.
 13. Юинг, Г. Инструментальные методы химического анализа: учеб. пособие для хим. вузов / пер.с англ. Е. Н. Дороховой, Г. В. Прохоровой. - М.: Мир, 1989. - 608 с.
 14. Кристиан, Г. Аналитическая химия: В 2 т. Т. 1 / пер. с англ. А. В. Гармаша [и др.]. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. - 624 с.
 15. Отто, М. Современные методы аналитической химии (в 2-х т.) / М. Отто; пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. - М.: Техносфера, 2003. - 693 с.
 16. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т.: учеб. для вузов по хим.-технол. направлениям и специальностям / под ред. А. А. Ищенко. - М.: Академия, 2010. - 767 с.
 17. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учеб. для вузов по фармацевт. и нехим. специальностям / Ю.Я. Харитонов. - 4-е изд., стер. - М. : Высш. шк., 2008. - 560 с.
 18. Задания для экспресс-опроса при изучении курса «Физико-химические методы анализа»/ Федер. агентство по образованию РФ, ГОУВПО Иван. гос. хим.-технол. ун-т.; сост.: А. И. Лыткин, Р. П. Морозова, Н. Г. Дмитриева, Н. В. Чернявская ; под ред. М. И. Базанова . - Иваново, 2006. - 64 с. (библ. № 982).

РАЗДЕЛ 2. ТЕМАТИКА ДОКЛАДОВ И РЕФЕРАТОВ, ВОПРОСЫ ДЛЯ СОБЕСЕДОВАНИЯ

2.1. ТЕМАТИКА ДОКЛАДОВ И РЕФЕРАТОВ.

1. СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1.1. Эмиссионный спектральный анализ

- 1.1.1. Открытие явления эмиссии света и развитие спектрального анализа. Природа и происхождение атомных эмиссионных спектров, их вид. Резонансные линии, мультиплеты, «последние линии», их значение для анализа.
- 1.1.2. Приборы для получения атомных эмиссионных спектров, их основные узлы (источники возбуждения, диспергирующие элементы, приемники света). Приборы для измерения длины волны и идентификации спектральной линии. Качественный спектральный анализ. Анализ по «последним» линиям.
- 1.1.3. Количественный спектральный анализ. Зависимость между интенсивностью спектральной линии и концентрацией элемента. Уравнение Ломакина, характеристика величин, входящих в уравнение. Эмпирический характер уравнения Ломакина и условия его выполнения. Гомологическая пара линий, ее использование в анализе, условия гомологичности.
- 1.1.4. Фотографические методы эмиссионного спектрального анализа. Основное уравнение фотографических методов. Способы нахождения концентраций анализируемых веществ (метод трех эталонов, одного эталона, постоянного графика).
- 1.1.5. Метод эмиссионной спектроскопии пламени. Устройство и принцип работы пламенного фотометра. Способы нахождения концентрации. Преимущества и недостатки метода, области при-

менения. Общая характеристика методов атомной эмиссионной спектроскопии. Чувствительность, точность, селективность. Применение методов эмиссионного спектрального анализа в различных областях.

Рекомендуемая литература

1. Васильев, В.П. Аналитическая химия. Кн.2. Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. - 2-е изд., перераб.и доп. - М.: Дрофа, 2002. – 384 с.
2. Ляликов, Ю.С. Физико-химические методы анализа / Ю.С. Ляликов. - 5-е изд. - М.: Химия, - 1974. – 536 с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа / под ред. О.М. Петрухина. - М.: Химия, 1987. – 249 с.
4. Тарасевич, Н.И. Руководство к практикуму по спектральному анализу / под ред. И.П. Алимарина. - М.: Изд-во. Моск. ун-та, 1977.
5. Кустанович, И.М. Спектральный анализ : учеб. для хим. техникумов / И.М. Кустанович. - 3-е изд., доп. - М. : Высш. шк., 1972. - 349 с.
6. Ляликов, Ю.С. Теоретические основы современного качественного анализа / Ю.С. Ляликов, Ю.А. Клячко. - М.: Химия, 1978. -312 с.
7. Руководство по аналитической химии/ пер. с нем. В. В. Кузнецова и Л. Б. Кузнецовой; под ред. Ю. А. Клячко. - М.: Мир, 1975. - 462 с.
8. Карякин, А. В. Эмиссионный спектральный анализ объектов биосферы / А.В. Карякин, И.Ф. Грибовская. - М.: Химия, 1979. - 208 с.
9. Терек, Т. Эмиссионный спектральный анализ. В 2 ч. / Т. Терек. - пер. с англ. В. Н. Егорова. - М. : Мир, 1982. – 752 с.

1.2. Рентгеновский спектральный анализ (РСА)

- 1.2.1. Физические процессы, лежащие в основе РСА. Общая характеристика этой группы методов. Рентгеновская флуоресценция и рентгеновский

флуоресцентный анализ (РФА) как метод аналитической химии. Механизм рентгеновской флуоресценции, характеристическое излучение, связь со строением внутренних оболочек. Рентгеновские спектры, их происхождение и основные характеристики линий. Закон Мозли.

- 1.2.2. Способы возбуждения и регистрации спектров рентгеновской флуоресценции. Принципиальная схема спектрометра для флуоресцентного анализа. Основные узлы спектрофотометров, их назначение и характеристики.
- 1.2.3. Интенсивность рентгеновской флуоресценции (абсолютная и относительная), факторы, влияющие на нее. Зависимость интенсивности флуоресценции от концентрации определяемого элемента. Качественный и полуколичественный анализ. Отождествление спектральной линии. Количественный рентгенофлуоресцентный анализ. Способы расчета концентраций. Сравнение рентгеноспектрального и эмиссионного спектрального анализа. Аналитические характеристики метода РФА (чувствительность, точность, селективность). Ограничения метода и области применения рентгеноспектрального анализа.

Рекомендуемая литература

1. Ляликов, Ю.С. Физико-химические методы анализа / Ю.С. Ляликов. - 5-е изд. - М.: Химия, - 1974. – 536 с.
2. Ляликов, Ю.С. Теоретические основы современного качественного анализа / Ю.С. Ляликов, Ю.А. Клячко. - М.: Химия, 1978. – 312 с.
3. Лосев, Н.Ф. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа / Н.Ф. Лосев, А.Н. Смагунова. - М.: Химия, 1982. -208 с.
4. Руководство по аналитической химии / пер. с нем. В. В. Кузнецова и Л. Б. Кузнецовой; под ред. Ю.А. Клячко. - М.: Мир, 1975. - 462 с.

5. Афонин, В.П. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ горных пород и минералов / В.П. Афонин, Т.И. Гуничева - Новосибирск: Наука, 1977. – 256 с.
6. Плотников, Р.И. Флуоресцентный рентгенорадиометрический анализ / Р.И. Плотников, Г.А. Пшеничный; под ред. В. А. Мейера и Н. И. Комяка. - М.: Атомиздат, 1973. – 264 с.
7. Афонин В.П. Рентгенофлуоресцентный метод анализа (обзор). //Журн. Всесоюз. хим. о-ва им. Д.И.Менделеева. 1980. Т.25. №.9. С.610.
8. Смагунова А.Н. и др. Рентгенофлуоресцентный анализ в экологии (обзор). //Журн. аналит. химии. 1979. Т.34. №.2. С.388.
9. Рентгенофлуоресцентный анализ / Акад. наук СССР, Сибирское отделение, Ин-т геохимии; отв. ред. Н. Ф. Лосева. - М.: Наука, 1991. - 172 с.
10. Ведринский, Р.В. Рентгеновские спектры поглощения твердых тел / Р.В. Ведринский. - М.: Энергоатомиздат, 1991. - 184 с.

1.3. Люминесцентный анализ

- 1.3.1. Люминесценция и ее основные закономерности. Виды люминесценции, флуоресценция. Происхождение люминесцентных спектров, их вид. Закон Стокса-Ломмеля. Энергетический и квантовый выход люминесценции. Тушение люминесценции. Интенсивность флуоресценции и ее связь с концентрацией (аналитическая функция). Условия соблюдения линейности аналитической функции. Приборы для флуоресцентного анализа, их основные узлы; принципиальная схема флуориметра.
- 1.3.2. Качественный флуоресцентный анализ. Его достоинства и области применения. Количественный флуоресцентный анализ: метод шкалы, метод градуировочного графика, метод добавок. Использование люминесцентных индикаторов. Практическое применение метода.

Рекомендуемая литература

1. Васильев, В.П. Аналитическая химия. Кн.2. Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. - 2-е изд., перераб.и доп. - М.: Дрофа, 2002. – 384 с.
2. Пилипенко, А.Т., Аналитическая химия. Аналитическая химия. В 2 кн.: учеб. пособие для хим. и хим.-технол. специальностей вузов. Кн. 1. / А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий. - М. : Химия, 1990. - 480 с.
3. Юинг, Г. Инструментальные методы химического анализа: учеб. пособие для хим. вузов / пер.с англ. Е. Н. Дороховой, Г. В. Прохоровой. - М.: Мир, 1989. - 608 с.
4. Головина, А.П., Химический люминесцентный анализ неорганических веществ / А.П. Головина, Л.В. Левшин. - М.: Химия, 1978. - 246 с.
5. Лакович, Дж. Основы флуоресцентной спектроскопии / пер. с англ. М. В. Козьменко, А. П. Савицкого; под ред. М. Г. Кузьмина. - М.: Мир, 1986. 496 с.

1.4. Атомно-абсорбционный анализ (ААА)

- 1.4.1. Сущность метода атомно-абсорбционного анализа. Принципиальное устройство атомно-абсорбционных спектрофотометров. Источники излучения, используемые в атомно-абсорбционном анализе. Атомизаторы пламенные и непламенные, их сравнение. Детекторы в атомно-абсорбционном анализе. Применение микропроцессоров.
- 1.4.2. Вид атомных спектров поглощения. Теоретические основы и методы количественного анализа по поглощению излучения атомами. Аналитическая характеристика метода (предел обнаружения, воспроизводимость, избирательность, правильность). Достоинства и

недостатки атомно-абсорбционного спектрального анализа. Области и примеры применения ААА.

Рекомендуемая литература

1. Васильев, В.П. Аналитическая химия. Кн.2. Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. - 2-е изд., перераб.и доп. - М.: Дрофа, 2002. – 384 с.
2. Атомно-абсорбционный анализ: учебное пособие / А.А. Ганеев [и др.]. – Спб.: Лань, 2011. – 304 с.
3. Пилипенко, А.Т., Аналитическая химия. Аналитическая химия. В 2 кн.: учеб. пособие для хим. и хим.-технол. специальностей вузов. Кн. 1. / А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий. - М. : Химия, 1990. - 480 с.
4. Львов, Б.В. Атомно-абсорбционный спектральный анализ / Б.В. Львов. - М.: Наука, 1966. - 392 с.
5. Славин, У. Атомно-абсорбционная спектроскопия /пер. с англ. и ред. Б. В. Львова [и др.]. - Л. : Химия, 1971. - 296 с.
6. Прайс, В. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия / пер. с англ. Мосичева В. И.; под ред. Львова Б. В. - М.: Мир, 1976. - 355 с.
7. Брицке, М.Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ / М.Э. Брицке. - М.: Химия, 1982. – 224 с.
8. Хавезов, И. Атомно-абсорбционный анализ / И. Хавезов, Д. Цалев; пер. с болгарского Г. А. Шейниной; под ред С. З. Яковлевой. - Л.: Химия, 1983. - 144 с.
9. Карякин, А.В. Методы оптической спектроскопии и люминесценции в анализе природных и сточных вод / А.В. Карякин, И.Ф. Грибовская. - М.: Химия, 1987. – 304 с.
10. Беккер, Ю. Спектроскопия: монография / Ю. Беккер; пер. с нем. Л. Н. Казанцевой; под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - М.: Техносфера, 2009. - 528 с.

2. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

2.1. Газовая хроматография

- 2.1.1. Сущность газовой хроматографии, ее физико-химические основы. Варианты газовой хроматографии. Вещества, используемые в качестве неподвижной фазы (сорбенты) и в качестве подвижной фазы (газы-носители). Требования, предъявляемые к ним. Достоинства и недостатки газовой хроматографии. Области применения.
- 2.1.2. Устройство газового хроматографа. Его основные узлы. Детекторы и детектирование в газовой хроматографии. Характеристики детекторов: чувствительность, инерционность, линейность, селективность, воспроизводимость и др. Наиболее распространенные типы детекторов: по теплопроводности, пламенно-ионизационный (ПИД), электронозахватный (ЭЗД), термоионный (ТИД), ультразвуковой (УЗД), аргонный, гелиевый и др.
- 2.1.3. Вид хроматограммы в проявительном методе, ее параметры. Качественный хроматографический анализ. Способы идентификации компонентов газовой смеси. Количественный газохроматографический анализ: метод нормировки, метод нормировки с градуировочным коэффициентом, метод абсолютной калибровки, метод внутреннего стандарта. Сравнительная характеристика методов.
- 2.1.4. Газожидкостная хроматография (ГЖХ), ее физико-химические основы. Вещества, используемые в качестве носителя и в качестве жидкой фазы. Требования, предъявляемые к ним. Основные узлы приборов газожидкостной хроматографии. Принцип их действия. Качественный анализ по характеристикам удерживания, по использованию химических реакций до и после разделения на колонке, по сорбции компонен-

тов определенными сорбентами. Количественный анализ. Примеры определений. Области применения ГЖХ.

- 2.1.5. Капиллярная хроматография - разновидность газожидкостной хроматографии. Конструктивные особенности хроматографических колонок. Преимущество капиллярной хроматографии по сравнению с газожидкостной хроматографией. Области применения. Примеры определений.

Рекомендуемая литература

1. Вяхирев, Д.А. Руководство по газовой хроматографии: Учеб. пособие для хим. и хим.-технол. спец. вузов. / Д.А. Вяхирев, А.Ф. Шушунова. - 2-е изд. перераб. и доп. - М.: Высш. шк., 1987. - 335 с.
2. Березкин, В.Г. Химические методы в газовой хроматографии / В.Г. Березкин. - М.: Химия, 1980. - 256 с.
3. Методы-спутники в газовой хроматографии / пер. с англ. С. А. Орловского; под ред. В.Г. Березкина. - М.: Мир, 1972. - 398 с.
4. Айвазов, Б.А. Основы газовой хроматографии / Б.А. Айвазов. - М.: Высш. шк., 1977. - 184 с.
5. Баффингтон, Р. Детекторы для газовой хроматографии / Р. Баффингтон, М. Уилсон; пер. с немецк. - М.: Мир, 1993. - 79 с.
6. Березкин, В.Г. Газо-жидко-твердофазная хроматография / В.Г. Березкин. - М.: Химия, 1986. - 112 с.
7. Руденко, Б.А. Капиллярная хроматография / Б.А. Руденко. - М.: Наука, 1978. - 222 с.
8. Яшин, Я.И. Газовая хроматография / Я.И. Яшин. - М.: Техносфера, 2009. - 264 с.
9. Конюхов, В.Ю. Хроматография: учебник / В.Ю. Конюхов. - СПб. [и др.]: Лань, 2012. - 223 с.

2.2. Жидкостная хроматография

- 2.2.1. Жидкостная адсорбционная хроматография. Ее физико-химические основы. Подвижная и неподвижная фазы, требования, предъявляемые к ним. Выбор растворителей в жидкостной хроматографии. Основные узлы приборов жидкостной хроматографии. Качественный и количественный анализ. Области применения.
- 2.2.2. Распределительная жидкостная хроматография. Растворители, применяемые в качестве подвижной и неподвижной фазы. Твердые носители. Требования, предъявляемые к ним. Принципы и примеры качественного и количественного анализа с использованием распределительной жидкостной хроматографии.
- 2.2.3. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Основы теории и основные понятия ВЭЖХ. Эффективность и селективность. Размывание в колонке. Параметры удерживания. Классификация методов ВЭЖХ по механизму разделения. Сорбенты и растворители для ВЭЖХ. Требования, предъявляемые к ним. Выбор подвижной фазы (растворителя) и неподвижной фазы в ВЭЖХ. Аппаратура. Качественный и количественный анализ с помощью ВЭЖХ. Микромасштабная ВЭЖХ, ее отличие от обычной ВЭЖХ. Задачи, решаемые с помощью этого метода. Достоинства. Особенности аппаратуры, предназначенной для микромасштабной ВЭЖХ. Микроколонки. Детектирующие системы. Применение.

Рекомендуемая литература

1. Препаративная жидкостная хроматография / пер. с англ.; под ред. Б. Бидлингмейера. - М.: Мир, 1990. – 358 с.
2. Стыскин, Е.Л. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография / Е.Л. Стыскин [и др.]. - М.: Химия, 1986. – 288 с.

3. Введение в микромасштабную высокоэффективную жидкостную хроматографию / ред. Д. Исии; пер. с англ. Д. Н. Соколова ; под ред. В. Г. Березкина.; под. М.: Мир, 1991. – 240 с.
4. Хенке, Х. Жидкостная хроматография / Х. Хенке; пер. с нем. Н. Е. Киреевой; под ред. А. А. Демина. - М. : Техносфера, 2009. - 264 с. :
5. Сычев, С. Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография: аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем : учеб. пособие. / С.Н. Сычев, В.А. Гаврилина. - СПб. [и др.]: Лань, 2013. - 256 с.

2.2.4. Тонкослойная хроматография (ТСХ). Сущность метода ТСХ, преимущества по сравнению с колоночной жидкостной хроматографией. Адсорбенты, носители, закрепители. Техника проведения ТСХ. Хроматограммы, их вид; коэффициент R_{f0} . Детектирование в ТСХ. Качественный и количественный анализ без элюирования и с элюированием компонентов. Области применения ТСХ.

Рекомендуемая литература

1. Кирхнер, Ю. Тонкослойная хроматография. В 2-х т. / Ю. Кирхнер. - М.: Мир, 1981. - 1144 с.
2. Березкин, В. Г. Количественная тонкослойная хроматография. Инструментальные методы / В.Г. Березкин, А.С. Бочкова. - Акад. наук СССР, Ин-т нефтехимического синтеза. - М. : Наука, 1980. - 184 с.
3. Ахрем, А.А. Кузнецова А.И. Тонкослойная хроматография / А.А. Ахрем, А.И. Кузнецова. – Акад. наук СССР, Ин-т. орган. химии. М.: Наука, 1965. 174 с.
4. Волынцев, М.П. Тонкослойная хроматография в неорганическом анализе / М.П. Волынцев. - М.: Наука, 1974. – 151 с.

2.2.5. Бумажная хроматография (БХ). Принцип метода. Техника хроматографирования. Подвижная и неподвижная фазы, носители. Хроматограммы восходящие и нисходящие, одномерные и двумерные, круговые, электрофоретические. Коэффициент R_f . Качественный и количественный анализ без элюирования и с элюированием компонентов. Примеры и области применения.

Рекомендуемая литература

1. Шеллард, Э. Количественная хроматография на бумаге и в тонком слое / пер. англ. М. П. Волынец и Г. М. Варшал; под ред. А. Н. Ермакова. - М.: Мир, 1971. - 192 с.
2. Блок, Р. Хроматография на бумаге / Р. Блок; пер. с англ. М. Г. Бражниковой; под ред. и с предисл. Г.Ф. Гаузе. - М.: Изд-во иностр. лит., 1954. - 212 с.
3. Хроматография на бумаге/ под ред. И. М. Хайса и К. Мацека; пер. с чешск. Б. М. Вольфсона [и др.]; под ред. М. Н. Запрометова. - М.: Изд-во иностр. лит., 1962. - 851 с.

2.2.6. Ионообменная хроматография (ИОХ). Физико-химические основы. Механизм ионного обмена. Классификация ионообменных сорбентов и их свойства. Ионообменное равновесие. Качественный и количественный анализ с помощью ионного обмена. Разделение и концентрирование веществ. Применение ионного обмена для определения физико-химических констант. Примеры. Ионная хроматография - вариант ионообменной хроматографии. Сущность этого метода, преимущества перед обычной ионообменной хроматографией. Техника выполнения анализа. Области применения.

Рекомендуемая литература

1. Риман, В. Ионообменная хроматография в аналитической химии / В. Риман, Г. Уолтон; пер. с англ. Н.К. Шликиной [и др.]; под ред. К.В. Чмутова. - М.: Мир, 1973. – 375 с.
2. Фритц, Д. Ионная хроматография / Д. Фритц; пер. с англ. Ю.Н. Новикова; под ред. В. Г. Березкина. - М. : Мир, 1984. - 224 с.
3. Шпигун, О. А. Ионная хроматография и ее применение в анализе вод / О.А. Шпигул. - М.: Изд-во Моск. ун-та, 1990. - 198 с.
4. Золотов, Ю.А. Концентрирование микроэлементов / Ю.А. Золотов, Н.М. Кузьмин. - М.: Химия, 1982. - 288 с.

2.2. ВОПРОСЫ ДЛЯ СОБЕСЕДОВАНИЯ

1. Эмиссионный спектральный анализ

1. Чем характеризуется энергетическое состояние электронов и атома в целом?
2. Какова природа и происхождение атомных эмиссионных спектров?
3. Почему атомные спектры имеют линейчатый характер?
4. От чего зависит число и положение линий в спектре, их интенсивность?
5. Назовите основные узлы спектральных приборов и укажите их назначение?
6. Опишите достоинства и недостатки источников возбуждения:
а) пламени; б) электрической дуги; в) конденсированной искры.
7. Дайте сравнительную характеристику призмы и дифракционной решетки как диспергирующих элементов.
8. Охарактеризуйте приемники света (рецепторы), используемые в эмиссионной спектроскопии.

9. Что происходит при действии света на фотопластинку? Что такое почернение и как оно связано с концентрацией?
10. Полуколичественный спектральный анализ. Как и с помощью каких приборов выполняется полу количественное определение элементов в пробе?
11. В чем сущность методов полуколичественного спектрального анализа: а) метода гомологических пар; б) метода сравнения спектров; в) метода появления чувствительных линий?
12. На чем основан качественный спектральный анализ. Какие приборы и принадлежности используются для проведения качественного спектрального анализа?
13. Каким образом вычисляется длина волны спектральной линии по вторичному стандарту (спектру железа) и как производится отождествление этой спектральной линии?
14. Какие линии называют последними? Как выполняется качественный анализ: а) по последним линиям; б) с помощью планшетов спектральных линий?
15. Какой источник возбуждения чаще всего используется при качественном определении следов элементов и почему?
16. На чем основаны методы количественного спектрального анализа?
17. От чего зависит интенсивность спектральных линий? 18. Что называют относительной интенсивностью спектральной линии? Как она зависит от условий возбуждения?
18. Каким требованиям должна удовлетворять гомологическая пара линий?
19. Приведите уравнение Ломакина и дайте характеристику входящих в него величин. В чем состоит эмпирический характер этого уравнения?
20. Поясните сущность фотографических методов анализа и приведите основное уравнение.
21. В чем сущность следующих методов количественного спектрального анализа: а) трех эталонов; б) одного эталона; в) постоянного графика?

22. Дайте общую характеристику метода пламенной фотометрии. Приведите принципиальную схему пламенного фотометра и охарактеризуйте его основные узлы.
23. Какие приемы работы используются в методе эмиссионной фотометрии? Какие элементы определяют методом фотометрии пламени? Каковы достоинства и недостатки этого метода?
24. Охарактеризуйте метрологические характеристики спектральных методов анализа: точность, чувствительность, селективность определения.

2. Рентгеновский спектральный анализ (РСА)

1. Назовите область электромагнитного спектра, являющуюся предметом РСА.
2. С помощью каких источников возбуждения можно получить спектр рентгеновской флуоресценции?
3. В чем принципиальное различие оптического эмиссионного спектра и спектра рентгеновской флуоресценции?
4. Какая связь существует между строением внутренних электронных оболочек (K, L, M, N) и рентгеновским атомным характеристическим спектром?
5. От каких факторов зависит интенсивность линий в спектре флуоресценции?
6. Какими уравнениями описывается зависимость интенсивности рентгенофлуоресценции от концентрации?
7. На чем основано диспергирование рентгеновского излучения в современных рентгеновских спектрометрах?
8. Каково устройство рентгеновской трубки?
9. Назовите основные виды детекторов (приемников излучения) рентгеновского излучения.

10. Приведите принципиальную схему спектрометров для рентгенофлуоресцентного анализа. Охарактеризуйте их основные узлы.
11. Как расшифровать рентгеновские спектры с помощью таблиц? Как измерить длину волны и отождествить спектральные линии? Поясните основы полуколичественного рентгенофлуоресцентного анализа?
12. Поясните принцип количественного флуоресцентного анализа. Опишите методы внутреннего и внешнего стандарта, способы определения концентраций по интенсивности относительной линии.
13. Как осуществляется подготовка проб и введение их в рентгеновские спектрометры?
14. Дайте общую характеристику метода. Оцените точность, чувствительность анализа, назовите области применения.

3. Люминесцентный анализ

1. Объясните происхождение спектров люминесценции.
2. От чего зависит интенсивность люминесцентного излучения? Как она связана с концентрацией?
3. На чем основан качественный люминесцентный анализ?
4. Какими методами определяют концентрацию вещества в количественном люминесцентном анализе? Поясните их сущность.
5. Охарактеризуйте основные узлы приборов для люминесцентного анализа: источники возбуждения люминесценции, светофильтры, рецепторы.

4. Атомно-абсорбционный спектральный анализ

1. В чем сущность атомно-абсорбционного анализа?
2. Какие способы атомизации используют в атомно-абсорбционном анализе? В чем преимущества непламенных атомизаторов?

3. Какие горючие смеси используют для получения пламени в атомно-абсорбционном анализе?
4. Какие основные функции выполняет пламя в атомно-абсорбционном анализе? От чего зависит температура пламени?
5. Каким уравнением описывается поглощение излучения атомной плазмой?
6. Из каких основных узлов состоит атомно-абсорбционный спектрофотометр? Какие источники излучения используют в атомно-абсорбционной спектрофотометрии? Каким требованиям должен удовлетворять источник излучения?
7. Какова роль и устройство лампы с полым катодом (ЛПК)?
8. Какие методы определения концентрации веществ в растворе используют в атомно-абсорбционном анализе?
9. Назовите области применения метода атомно-абсорбционной спектроскопии.
10. Назовите недостатки и достоинства атомно-абсорбционного анализа.
11. Дайте сравнительную характеристику методов атомной абсорбционной и атомной эмиссионной спектроскопии.

5. Хроматографический анализ

1. Каковы сущность и механизм хроматографического разделения смесей?
2. Как классифицируются методы хроматографии по агрегатному состоянию фаз, по механизму хроматографического разделения, по способу хроматографирования, по технике выполнения эксперимента?
3. Из каких основных узлов состоит газовый хроматограф? Какие типы колонок используются в газовом хроматографе? Каковы их конструктивные особенности? На чем основано действие детекторов в газовой хроматографии?

4. Какой вид имеет выходная кривая (хроматограмма) в газовой хроматографии? Как с ее помощью выполняется качественный и количественный анализ?
5. Каковы области применения газовой хроматографии? Каковы достоинства и недостатки этого метода?
6. В чем сходство и различие газо-жидкостной и газовой адсорбционной хроматографии?
7. Какие требования предъявляются к жидкой фазе в газо-жидкостной хроматографии? Какие вещества используются в качестве жидкой фазы, в качестве твердого носителя?
8. Каковы области применения, достоинства и недостатки газо-жидкостной хроматографии?
9. Что такое капиллярная хроматография? В чем ее особенности? Каковы достоинства, недостатки и области применения капиллярной хроматографии?
10. Каковы физико-химические основы жидкостной адсорбционной хроматографии?
11. Из каких основных узлов состоят приборы жидкостной адсорбционной хроматографии? Каков принцип их действия?
12. Как выполняются качественный и количественный анализ в жидкостной хроматографии?
13. В чем сущность: а) бумажной хроматографии; б) тонкослойной хроматографии; в) ионообменной хроматографии; г) гель-хроматографии?

РАЗДЕЛ 3. УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ (УИРС)

3.1. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ УИРС, ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА ПО РАБОТЕ

Учебно-исследовательская работа (УИРС) является логическим завершением изучения курса физико-химических методов анализа. Она должна показать, чему научился студент в течение семестра, насколько он умеет самостоятельно работать с литературой, планировать и выполнять эксперимент с элементами исследования, а также выполнять полученные результаты в виде отчета. Естественно, что качество работы, выполняемой в рамках УИРС, существенно влияет на итоговую оценку по дисциплине.

Тема УИРС выбирается в соответствии с будущей специальностью студента и представляет собой задание подготовить и провести определение какого-либо элемента или соединения в конкретном промышленном или природном объекте одним из физико-химических методов.

Работа состоит из следующих этапов:

1. Просмотр рекомендованной литературы, ее реферирование и составление обзора по существующим физико-химическим методам определения заданного элемента или химического соединения.
2. Выбор метода анализа для конкретного объекта и составление прописи.
3. Расчеты, связанные с подготовкой эксперимента (необходимое количество реактивов, навеска образца для анализа, расчеты по приготовлению и стандартизация растворов и т.д.)
4. Ознакомление с правилами техники безопасности при выполнении данной работы.
5. Подготовка и оборудование рабочего места (проверка работоспособности используемого оборудования, подготовка химической посуды и принадлежностей).

6. Приготовление растворов реагентов, необходимых для анализа.
7. Выполнение анализа.
8. Обработка полученных экспериментальных результатов.
9. Оформление и сдача отчета.

Для отдельных тем может быть предусмотрена защита выполненной работы в виде доклада в студенческой аудитории.

Тема УИРС выдается задолго до ее практического выполнения (на 5-6 занятии) с тем, чтобы студент мог основательно подготовиться к выполнению эксперимента. Подготовительная часть работы выполняется студентом во время, предусмотренное для самостоятельной работы, и обсуждается с преподавателем поэтапно во время занятий. Для проведения экспериментальной и заключительной части работы в рабочей программе отводится 2 занятия.

Работа с литературой

В списке рекомендованной литературы приведено четыре вида литературных источников: 1) учебники и учебные пособия по дисциплине; 2) монографии общехимического характера; 3) литература по специальности; 4) справочные руководства, в том числе по технике безопасности и общим правилам работы в лаборатории аналитической химии.

Трудно однозначно указать, какого порядка следует придерживаться при просмотре литературы. В наиболее общем случае можно дать такие рекомендации.

Если предстоит элементарный анализ или анализ индивидуального соединения, начать целесообразно с общехимической литературы. В ней Вы вряд ли найдете непосредственный ответ на тему УИРС. Например, Вам дано задание: «Определить медь в электролите латунирования». Естественно, в общей литературе никаких упоминаний об электролите нет. Но Вы найдете описание методов определения меди «вообще», безотносительно к конкретному заданию. Там указано, на чем основан тот или иной метод, приведены

химические реакции, условия их выполнения, обсуждаются особенности метода и возможные ошибки. И таких методов в общей литературе приводится целый ряд – для одних элементов больше, для других меньше. Эти сведения нужно очень кратко законспектировать, опустив детали и частности. Объем такого конспекта для каждого метода не должен быть более половины страницы, однако при этом очень важно точно и подробно указать литературный источник, из которого взяты сведения, чтобы в случае необходимости можно было к нему вернуться.

По возможности нужно охватить все многообразие физико-химических методов, описанных в литературе для данного элемента или соединения. Вам будет удобнее в дальнейшем работать с Вашими записями, если Вы сделаете их не в тетради, а на отдельных листах бумаги с одной стороны.

Затем все выписки сгруппируйте по методам: например, группа фотометрических, группа потенциометрических, группа кулонометрических методов и т.д. Разложив свои записи в этом порядке, и озаглавив каждую группу, Вы получаете макет готового литературного обзора, который и предъявляете во время первой беседы с преподавателем. Познакомившись с наиболее распространенными методами анализируемого вещества, следует затем обратиться к специальной литературе. Вряд ли Вы найдете в ней принципиально новый метод – Вам все уже знакомо. Но в литературе по специальности Вы должны обязательно найти характеристику Вашего объекта – качественный и количественный состав, строение, агрегатное состояние, возможные примеси, физико-химические константы и т.д. Эти сведения необходимы для выбора метода анализа и его обоснования. Кроме того, в специальной литературе часто приводится подробное описание хода анализа, и им можно воспользоваться при составлении прописи, если этот метод Вам подходит. После этого надо просмотреть учебники и учебные пособия. Учебники содержат сведения о методах анализа, их сущности и теоретических основах, об аппаратуре и

принципах измерения. Эти сведения необходимы для работы по любой теме, поэтому ссылки на них не приводятся.

Если же Вашей задачей является анализ технического или природного объекта – например: «Определение азотола А», то лучше всего сначала просмотреть специальную литературу и получить представление о химической и физической сущности объекта, а затем обратиться к литературе общехимической и учебной.

В любом случае затрудняющемуся в выборе пути поможет совет преподавателя.

Выбор метода анализа

Опираясь на литературные сведения, Вы должны выбрать наиболее подходящий для Вашего случая метод анализа, и выбор не всегда может совпадать с тем, что предлагается в специальной литературе. Даже в случае совпадения Вы должны свой выбор обосновать. При этом учитывается ряд факторов:

- 1) возможно ли данным методом определить элемент в той концентрации, в которой он входит в анализируемый объект;
- 2) устроит ли Вас точность определения, обусловленная выбранным методом;
- 3) не помешают ли другие элементы и вещества, входящие в состав объекта, есть ли возможность устранить это мешающее действие;
- 4) наконец, приемлема ли продолжительность определения данным методом, достаточно ли он прост по исполнению, не требует ли большого количества реактивов (тем более дорогостоящих!) и сложной аппаратуры, не требует ли метод особых условий для соблюдения безопасности при проведении работ.

По этим критериям и происходит выбор метода анализа для Вашего конкретного объекта; свой выбор Вы также обсуждаете с преподавателем.

Составление прописи анализа. Предварительные расчеты

Получив одобрение руководителя, Вы составляете пропись анализа, то есть подробное описание хода работы. Пропись должна содержать:

- 1) краткое изложение сущности выбранного метода;
- 2) список необходимых реактивов с указанием их концентрации и количества;
- 3) способ подготовки образца к анализу (растворение, сплавление и т.п.);
- 4) детальное описание всех операций и последовательности их выполнения;
- 5) формулы для расчета и представления результатов анализа;
- 6) характеристику измерительного прибора и порядок проведения измерений.

Список реактивов составляют на отдельном листе, указывая формулу вещества, его квалификацию (х.ч., ч.д.а. и т.п.), исходную концентрацию (для растворов) и необходимое количество. Массу или объем реагента, требуемые для работы, рассчитывают по формуле:

$$q = q_1 \cdot (n + p + s) \cdot 1,5,$$

где q_1 – количество, необходимое для анализа одной пробы; n – число параллельных определений; p – число измерений для построения градуировочного графика или калибровки прибора; s – число определений в «холостой» пробе.

Список реактивов должен быть одобрен и подписан преподавателем, после чего передается лаборанту для подготовки. Надо учесть, что заказ на реактивы должен быть сделан за несколько дней до начала работы.

При заказе реактивов надо указывать ту концентрацию, которую Вы будете использовать как исходную для приготовления Вашего рабочего раствора. Это могут быть концентрированные кислоты и щелочи, или более разбавленные растворы, которые уже есть в лаборатории. Количество исходного вещества Вы должны рассчитать сами.

Примеры:

1. Требуется приготовить 100 мл 0,05 М раствора HCl. Можно готовить этот раствор из концентрированной HCl. Однако проще воспользоваться любой разбавленной кислотой, которая есть в лаборатории. Например, 2 М HCl. Тогда для приготовления 100 мл 0,05 М раствора потребуется

$$V(\text{HCl}) = \frac{100 \cdot 0,05}{2} = 2,5 \text{ мл.}$$

Следовательно, 2,5 мл 2 М HCl надо поместить в мерную колбу вместимостью 100 мл и довести до метки дистиллированной водой.

2. Для работы нужно взять 250 мл 2%-ого раствора K₂SO₄. Тогда на 250 мл воды следует взять

$$m(\text{K}_2\text{SO}_4) = \frac{2 \cdot 250}{100} = 5 \text{ г.}$$

Часто требуется рассчитать навеску или объем исследуемого образца, необходимые для анализа. Если это фотометрический метод, то концентрацию окрашенного вещества, в которое переводят анализируемый элемент, считают по формуле:

$$C = \frac{0,44}{\varepsilon \cdot l} \text{ моль/л,}$$

где ε - молярный коэффициент поглощения окрашенного вещества (можно взять из справочника); l - толщина кюветы, см, в которой будет производиться измерение оптической плотности.

Если это какое-либо титрование, то концентрацию анализируемого вещества рассчитывают так:

$$C_{\text{иссл}} = \frac{C_{\text{T}} \cdot V_{\text{T}}}{V_{\text{иссл}}}$$

где $C_{\text{иссл}}$ и C_{T} - нормальные концентрации растворов титруемого вещества и титранта, $V_{\text{иссл}}$ и V_{T} - объемы соответствующих растворов, мл (выбираются исходя из условий измерения). расчеты подобного рода весьма разнообразны,

и степень Вашей самостоятельности и грамотности при их выполнении показывает прочность знаний и навыков, приобретенных Вами за время изучения аналитической химии.

Техника безопасности

В описание хода анализа отдельным разделом должны быть включены правила безопасности работы по Вашей конкретной теме.

Правила техники безопасности, направленные на сохранение здоровья, а иногда и жизни Вашей и окружающих Вас людей, должны быть Вам хорошо известны и выполняться неукоснительно. Есть общие правила работы в данной лаборатории, которые излагаются в инструкции? и за соблюдение которых Вы расписываетесь в журнале в начале семестра. Однако, начиная работать с новыми для Вас веществами и приборами, Вы должны познакомиться с теми опасными факторами, которые с этим могут быть связаны. Нужно изучить вредные свойства применяемых Вами реагентов, особенности отдельных операций и измерений, вероятные последствия и условия безопасной работы. Следует обратить внимание и на правила оказания первой медицинской помощи при возможных несчастных случаях. Эти знания Вы можете почерпнуть из специальной литературы [81-83], из инструкций, прилагаемых к приборам, а также из беседы с преподавателем. Все эти сведения Вы записываете в свой журнал, а затем и в отчет. Преподаватель своей подписью удостоверяет, что Вы прошли инструктаж и несете ответственность за выполнение правил ТБ.

Подготовка и оборудование рабочего места

Перед началом работы нужно подготовить всю посуду, принадлежности и оборудование. Следует изучить схему, устройство прибора и порядок работы на нем. Если требуется – привести измерительный прибор в рабочее

состояние. Иногда тот или иной реактив должен пройти дополнительную очистку, освоить приемы которой помогут специальные руководства [83, 84].

Приготовление растворов реагентов

Приготовление растворов не всегда представляет собой растворение навески в воде или разбавление водой. Ряд веществ имеет специфические особенности. Так, соли железа в водных растворах гидролизуются, и Вы никогда не получите прозрачный раствор без добавления кислоты. Хлорид олова (II) следует сначала растворить в концентрированной кислоте и лишь затем разбавлять водой. Молибдат аммония нужно растворять в горячей воде. И так далее. Поэтому полезно предварительно познакомиться с соответствующей литературой [85].

Если Вам требуется приготовить титрованный раствор (т.е. раствор с точно известной концентрацией), Вы должны сначала определить, какой это раствор – приготовленный или установленный (см. практикум по количественному анализу библиограф. № 370) и поступать в соответствии с этим. Точные навески (т.е. навески с абсолютной погрешностью $\pm 0,0001$ г) следует взвешивать только на аналитических весах; в других случаях можно пользоваться техническими весами. Приготовленные растворы следует готовить только в мерных колбах. Все детали такого рода должны быть Вам известны из предыдущей работы в лабораториях аналитической химии.

Все полученные растворы тотчас же должны снабжаться этикеткой, на которой указано название раствора, его концентрация, формула исходного вещества и дата приготовления. В условиях массовой работы бесполезна будет также Ваша подпись. Хранить растворы надо в ящиках, указанных лаборантом, с закрытой пробкой,

Стандартизация титрованных растворов также должна быть выполнена Вами и ход ее проведения записан в рабочем журнале (отчете).

Выполнение анализа

Наконец, Вы приступаете к выполнению анализа в соответствии с подготовленной Вами прописью. Количество параллельных определений обсуждается с преподавателем, но обычно их не должно быть менее трех. Если в прописи указана необходимость выполнения холостого опыта, делать это надо обязательно.

Все возможные изменения и отступления от прописи должны быть обсуждены с преподавателем, чтобы избежать ошибок и переделок.

Нужно помнить о том, что изменения для построения градуировочного графика, анализ холостой пробы и исследуемого раствора должны быть сделаны без перерывов во времени. Поэтому планируйте время своей работы и правильно распределяйте его по этапам.

Представление экспериментальных результатов

Все экспериментальные данные (в том числе и неудачные) должны быть записаны в журнал. Например, если Вы взяли точную навеску вещества, то в журнале приводите не только эту цифру, но и:

масса стакана с навеской, г.....

масса пустого стакана, г.....

масса навески, г.....

Если Вы титровали пять параллельных проб, и один результат у Вас явно ошибочный, то следует записать:

$V_1 = 18,24$ мл; $V_2 = 18,28$ мл; $V_3 = 18,22$ мл; $V_4 = \del{19,06}$ мл; $V_5 = 18,26$ мл.

Тогда для расчета Вы берете четыре результата (V_1 ; V_2 ; V_3 ; V_5), но понятно, почему Вы вычеркнули пятый (V_4). Вообще в журнале не надо ничего подтирать и исправлять, ошибочную запись нужно лишь аккуратно зачеркнуть, а сверху или рядом поставить исправленную цифру.

Все пригодные для окончательного расчета данные сводят в таблицу, вычисляют результат каждого определения, а затем проводят их математическую обработку [86]. Окончательный результат приводят как

$$x = \bar{x} \pm \delta,$$

где \bar{x} - среднее арифметическое из результатов единичных измерений, δ - доверительный интервал.

Оформление отчета

Отчет должен отражать все стадии работы – и знакомство с литературой, и подготовительные расчеты, и данные эксперимента. Ниже предлагается примерный план построения отчета (на примере определения меди).

Тема: Определение меди в электролите латунирования

Введение

Здесь объясняется необходимость постановки темы – т.е. то, какое значение имеет анализ электролита на содержание меди.

I. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1. Методы определения меди (литературный обзор)

1.1. Фотометрические методы

1.1.1. Определение с диэтилдитиокарбаматом [...]

Диэтилдитиокарбамат натрия образует с ионами меди комплексное соединение, окрашивающее раствор в желтый или коричневый цвет, а при больших концентрациях выпадающее в осадок. Окраска образуется мгновенно и устойчива в течение 1 часа. Молярный коэффициент светопоглощения $\epsilon = 13000$ при $\lambda = 436$ нм (раствор в CCl_4). Экстракция CCl_4 , $CHCl_3$ и др. позволяет повысить чувствительность и селективность метода. Большинство посторонних ионов связывается в комплексы добавлением цитрата натрия, ЭДТА.

1.1.2. Дитизионовый метод [...]

реферат

1.1.3. Определение с аммиаком [...]

реферат

и т.д. – все остальные методы

1.2. Электрохимические методы

1.2.1. Амперометрическое титрование [...]

реферат

1.2.2. Кулонометрическое титрование [...]

реферат

1.2.3. Электрогравиметрия [...]

реферат

И так далее – все описанные в литературе основные физико-химические методы.

2. Выбор метода для анализа

Приводятся аргументы в пользу выбранного метода

3. Методика работы

Дается подробное описание в соответствии с планом (см. с.6)

5. Правила техники безопасности (см. с.8)

II. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

6. Подготовка рабочего места. Предварительные расчеты (см. с. 8)

7. Приготовление и стандартизация растворов

8. Выполнение работы

9. Расчет результатов анализа

Выводы

Резюмируют проведенную работу и полученные результаты

Использованная литература:

Приводят список литературы, использованной на всех этапах работы.

Номер источника соответствует номеру ссылки в тексте; нумерация сквозная.

Литература описывается в соответствии с ГОСТом. Вы можете посмотреть список литературы в любом учебнике последних лет издания и позаимствовать оттуда правила описания литературных источников.

Весь отчет должен быть оформлен аккуратно, иметь заголовки и подзаголовки, ссылки на литературу и список ее в конце.

Следует отметить, что не всякое задание для УИРС дает возможность полностью использовать приведенные выше схему и порядок работы. В ряде случаев (особенно для органических соединений) приходится сокращать литературный обзор, а иногда он может быть ограничен даже одним единственным методом. Поэтому не следует придерживаться описанного порядка буквально, но все отклонения обсуждать с преподавателем по мере подготовки к работе.

Ниже (табл. 11-22) приводится примерная тематика УИРС для различных профилей, по которым обучаются студенты ИГХТУ. Темы, требующие наиболее длительного эксперимента или несколько повышенной сложности, отмечены «звездочкой» и предназначены для хорошо успевающих студентов, претендующих на высокую оценку по дисциплине.

**Аналитический контроль для профиля
«Химическая технология неорганических веществ»**

№ п/п	Тема	Литература
	1. Аналитический контроль сточных вод производства в азотной промышленности	
1.1	Определение содержания аммиака	9, 12, 16, 21
1.2	Определение содержания марганца	9, 12, 17, 19, 20, 21
1.3	Определение содержания нитритов	6, 9, 13, 17, 18, 21
1.4	Определение содержания диоксида кремния	9, 13, 17, 18, 21
1.5	Определение фенолов	10-12, 15, 20, 21
	2. Аналитический контроль в производстве серной кислоты:	
2.1	Определение солей аммония в H ₂ SO ₄	9, 17, 22
2.2	Определение нитратов в H ₂ SO ₄	9, 13, 17, 20, 22
2.3	Определение свинца в колчедане	9, 17, 19, 22
2.4	Определение меди в колчедане	9, 17, 19, 20, 22
2.5	Определение кобальта в колчедане	9, 17, 19, 20, 22
2.6	Определение железа в технической H ₂ SO ₄	9, 17, 19, 20, 22, 75
	3. Аналитический контроль производства минеральных удобрений и солей	
3.1	Определение содержания железа в фосфатном сырье	9, 17, 19, 20, 23
3.2	Определение P ₂ O ₅ в суперфосфате	9, 17, 19, 20, 23
3.3	Определение фторид-иона в кормовом диаммоний-фосфате	6, 13, 18-20, 23, 25
3.4	Определение меди, цинка, кобальта, марганца в полном минеральном удобрении	9, 17, 19, 20, 23
3.5	Определение бора в суперфосфатах	9, 17-20, 23
3.6	Определение сульфат-иона в удобрениях	9, 13, 18-20, 23, 24
3.7	Определение биурета в техническом карбамиде	23, 25, 62
3.8	Определение свободной H ₃ PO ₄ в фосфорных удобрениях	13, 18, 23
3.9	Определение никеля в карбамиде	9, 17, 19, 20, 23, 25

**Аналитический контроль для профиля «Технология
электрохимических производств и источников электрической энергии»**

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение хрома в электролитах хромирования	9, 17, 19, 20, 26, 28, 29, 31-33
2	Определение меди в электролите кислого меднения и цинкования	9, 17, 19, 26-23
3	Определение примеси железа в электролите кислого меднения	9, 17, 19, 18, 26-29, 31-33
4	Определение никеля с серноокислом электролите никелирования	9, 17, 19, 20, 26-29, 31-33
5	Определение цинка в электролитах	9, 17, 19, 20, 26, 28, 29, 31-33
6	Определение фторида натрия (NaF) в электролитах блестящего никелирования	11, 18-20, 26-29, 31-33
7	Определение железа в серноокислом электролите никелирования	9, 17, 19, 20, 26-29, 31-33
8	Определение висмута в электролите для осаждения сплава олово-висмут	9, 17, 27, 31-33
9	Определение кобальта в электролите	9, 17, 19, 20, 26-33
10	Определение вольфрама в электролите для осаждения никель-вольфрам	9, 17, 26, 27, 31-33
11	Определение полиэтиленполиамина в электролите полиэтиленполиаминового меднения	27, 31-33
12	Определение олова в станнатном электролите	9, 17, 26, 28, 29, 31-33

Аналитический контроль для профиля «Технология материалов и изделий электроники и наноэлектроники»

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение молибдена в сплавах	9, 17, 19, 34, 37, 38
2	Определение меди в сплавах	9, 17, 19, 18, 34-37
3	Определение кобальта в медном сплаве	9, 17, 19, 18, 34, 36
4	Определение хрома в сплавах	9, 17, 19, 18, 34
5	Определение марганца в сплавах «ковар»	9, 17, 19, 18, 34, 36
6	Определение фосфора в сплавах	9, 17, 19, 18, 34
7	Определение ванадия в пентаоксиде ванадия (V ₂ O ₅)	9, 17, 34, 35, 37, 38
8	Определение хлоридов в двойном карбонате	9, 13, 18-20, 34
9	Определение цинка в припоях	9, 17, 20, 34-36
10	Определение серебра в припоях и промывных водах после очистки деталей	9, 17, 34, 35, 37, 38
11	Определение вольфрама в сплавах	9, 17, 19, 20, 34, 35
12	Определение Ba, Ca, Na в двойном и тройном карбонате	9, 17, 19, 20, 34, 35
13	Определение циркония в сплавах	9, 17, 34, 37, 38

**Аналитический контроль для профиля
«Технология керамики и стекла»**

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение оксида железа (III) в песках	9, 17, 19, 20, 39
2	Определение оксида железа (III) в известняках и доломитах	9, 17, 19, 20, 39
3	Определение общей щелочности в карбонате натрия или калия	6, 20, 39
4	Определение сульфата натрия в карбонате натрия (соде)	9, 17, 19, 20, 34
5	Определение хлорида калия в поташе	9, 13, 19, 20, 39
6	Определение оксида железа (III) в сульфате натрия	9, 17, 19, 20, 39
7*	Определение оксида бора и оксида натрия в буре	9, 17-20, 39
8	Определение сульфата натрия в буре	9, 13, 18, 19, 39
9*	Определение хлорида калия и карбоната калия в нитрате натрия	9, 13, 17-20, 39
10	Определение оксида железа (III) в водной вытяжке глин	9, 17, 19, 20, 40
11	Определение SO ₃ в водной вытяжке глин	13, 18, 19, 40
12	Определение хлорид-иона в водной вытяжке глин	13, 18, 19, 40
13	Определение серы в цементных материалах	9, 17, 19, 20, 41

**Аналитический контроль для профилей
«Защита окружающей среды и промышленная экология» и
«Метрология, стандартизация и сертификация»**

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение ионов NH_4^+ , Br^- , K^+ , Cl^- , NO_3^- , Mg^{2+} , Ca^{2+} , F^- в промышленных сточных водах	6, 9, 12, 13, 17-20, 43, 44, 48, 49
2	Определение тяжелых металлов (Pb, Cu, Cd, Zn, Cr, Ni, Co, Mn, Fe, Hg) в промышленных сточных водах	5, 9, 12, 17, 19, 20, 42
3	Определение содержания нитрат-иона в воде, почвах и растительных материалах	12, 13, 20, 43, 44, 47, 48
4	Определение микроэлементов в почвах (Zn, Co, Mo, Cu, Mn, B)	9, 17, 19, 20, 47
5	Определение кальция и магния в воде	5, 9, 12, 17, 19
6	Определение содержания кальция в природных водах и реках	5, 9, 12, 17, 19
7	Определение содержания бора в природной воде	6, 9, 17-20
8	Определение фенола в промышленных сточных водах	10-12, 13, 15, 16, 20
9	Определение формальдегида в промышленных сточных водах	10-12, 14-16, 25
10	Определение ацетона в сточных водах	10, 11, 14, 15, 64

**Аналитический контроль для профиля
«Химическая, био- и нанотехнология текстиля»**

№ п/п	Тема	Литература
1	Контроль качества ронгалита: определение железа	9, 17, 19, 20, 50
2	Определение железа в сульфаноле	9, 17, 19, 20, 50
3	Определение концентрации активного красителя в красильном растворе	8, 19, 51
4	Определение общей и свободной щелочи в азотольном растворе	4, 6, 20, 51
5	Определение содержания металла (меди, кобальта, никеля, хрома) в растворах для закрепления окраски	9, 17, 19, 20, 47, 51
6*	Определение водорастворимых сернистых красителей (тиозолей) в красильной ванне	52
7	Определение красящего вещества в товарном красителе	10, 53
8	Определение железа в серной кислоте	9, 17, 19, 20, 53
9	Определение растворимости красителя в воде	10, 53
10	Определение сульфата натрия в глауберовой соли	9, 13, 18, 19, 20, 53
11	Определение хлорида натрия в Na_2SO_4	13, 18, 19, 53
12	Определение содержания анилина	6, 10, 15, 16, 20, 53
13	Определение 1,3-ФДА (фенилендиамина)	10, 15, 16, 19, 53
14*	Определение концентрации азотола А	4, 53
15	Определение содержания хрома (III) и хрома (IV) в хромировочных ваннах	9, 12, 17, 20, 54
16	Определение железа в растворе гидроксида натрия	9, 17, 19, 20, 55
17	Определение карбоната натрия и гидроксида натрия в варочной жидкости	4, 12, 20
18*	Определение Cr(VI) в сточных водах	9, 12, 17, 20, 25, 47

**Аналитический контроль для профиля «Химическая технология
химико-фармацевтических препаратов и косметических средств»**

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение кислот: винной, салициловой, сульфосалициловой, муравьиной, борной	6, 10, 11, 13-16, 20, 58
2	Определение аминокислоты	10, 11, 14, 15, 20, 58
3	Определение фурадолизона	14, 58-60
4	Определение фолиевой кислоты	14, 58-60
5	Определение левомецетина	14, 58-60
6	Определение фурациллина	14, 58-60
7	Определение новокаина	10, 14, 60
8	Определение аспирина	10, 14, 19, 56-58
9	Определение пирамидона	10, 14
10	Определение смеси аминокислот	10, 14, 16, 20, 59
11	Определение аскорбиновой кислоты	10, 15, 16, 58
12	Определение дибазола	14, 16, 58
13	Идентификация медицинских красителей	14
14	Определение тиамин (витамина В ₁)	10, 14, 60
15	Определение сульфаниламидов	10, 14, 60
16	Определение нитроглицерина	10, 14, 60

**Аналитический контроль для профиля «Химическая технология
органического и нефтехимического синтеза»**

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение содержания металла (Co, Ni, Cu, Cr) в металлосодержащих красителях	9, 17, 19, 20, 60
2	Определение серы в органических соединениях	9, 11, 17, 18, 19, 61
3	Определение основного вещества в фенилендиамине	9, 13, 14, 17, 61
4	Определение альдегидов	10, 11, 14-16, 25
5	Определение дифениламина	10, 11, 14-16
6	Определение п-толуидина (анилина)	6, 10, 11, 14, 15, 20
7	Определение органических кислот (муравьиной, уксусной, аскорбиновой, сульфосалициловой)	10, 11, 13-16
8	Определение концентрации красителей	10, 11, 18, 61
9	Определение ацетона в сточных водах	10-12, 14, 15, 62
10	Определение содержания солей органических кислот (ацетатов, салицилатов и др.)	11, 14-16, 62
11	Определение биурета в карбамиде	25, 62, 64
12	Определение формальдегида в сточных водах	10-12, 25, 62
13	Определение салициловой кислоты в сточных водах	6, 10, 11, 14-16, 62
14	Определение фенола в сточных водах	10-12, 14-16, 20, 62

Аналитический контроль для профиля «Технология и дизайн защитно-декоративных полимерных покрытий»

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение водорастворимых веществ в пигментах TiO_2 , Fe_2O_3	9, 17, 20, 63, 65
2	Определение металлического цинка в цинковом пигменте	9, 17, 20, 63, 65
3	Определение эпоксидных групп в смолах	15, 17, 63
4	Определение общего и водорастворимого хлора в смолах	9, 17, 18, 20, 63
5	Определение биурета в карбамиде	11, 25, 62, 64
6	Определение железа в меламинах	9, 17, 19, 20, 64
7	Определение формальдегида в смолах	10, 11, 15, 64
8	Определение свободной салициловой кислоты в смолах	10, 11, 15, 64
9	Определение ацетата натрия в поливинилово-спирте	10, 11, 13, 15, 64
10	Определение хлорид-иона в эпоксидных смолах	9, 13, 18-20, 64
11*	Определение марганца в сиккативах	9, 17, 19, 20, 47, 64
12	Определение кобальта в сиккативах	9, 17, 19, 20, 64
13	Определение сульфат-иона в TiO_2	9, 13, 18, 19, 64
14	Определение фенола в сточных водах	10, 11, 15, 20, 64
15	Определение формальдегида в сточных водах	10-12, 15, 16, 25, 64
16	Определение железа в сточных водах	9, 12, 14, 17, 19, 20, 64
17	Определение салициловой кислоты в сточных водах	6, 10-12, 15, 64

**Аналитический контроль для профилей
«Пищевая биотехнология», «Технология хлеба, кондитерских и
макаронных изделий» и «Технология жиров, эфирных масел и
парфюмерно-косметических продуктов»**

№ п/п	Тема	Литература
1*	Определение никеля в жирах	9, 17, 19, 20, 66
2*	Определение меди в пищевых жирах	9, 17, 19, 20, 67, 69
3*	Определение железа в пищевых жирах	9, 17, 19, 20, 68, 69
4	Определение примеси галловой кислоты в жирах	10, 11, 15
5	Определение железа в питьевой воде	9, 17, 19, 20, 70
6	Определение нитрит-иона в мясе	6, 9, 13, 17, 18, 70
7*	Определение азота в мясе	9, 17, 18, 70
8*	Определение Рb в золе пищевых продуктов	9, 17, 20, 70
9	Определение железа в питьевой воде	9, 17, 19, 20, 71
10	Определение сульфат-иона в питьевой воде	9, 13, 17-19, 71
11	Определение аскорбиновой кислоты в соках	10, 11, 14, 70
12	Определение белков в молоке	10, 11, 14, 70
13	Определение хлорид-иона в питьевой воде	9, 13, 17, 18, 70
14	Определение железа в пищевых продуктах	9, 17, 19, 20, 68
15	Определение железа в поваренной соли	9, 17, 19, 20, 72
16	Определение иодида калия в поваренной соли	9, 17, 18, 72
17	Определение кислотного числа жиров и масел	73

Аналитический контроль для профиля «Технология полимерных волокон и композиционных материалов»

№ п/п	Тема	Литература
1	Контроль качества гидроксида натрия: 1.1. Определение хлорида натрия 1.2. Определение сульфат-иона 1.3. Определение диоксида кремния 1.4. Определение железа 1.5. Определение алюминия 1.6. Определение NaOH + Na ₂ CO ₃	9, 12, 13, 18, 20, 74 9, 12, 13, 18, 74 9, 12, 18, 74 9, 17, 18, 20, 74 9, 17, 74 20, 74
2	Контроль качества серной кислоты: 2.1. Определение суммы тяжелых металлов 2.2. Определение хлорид-иона	74, 75 9, 12, 13, 18, 20, 74, 75
3	Определение Na ₂ S в вискозе	9, 12, 13, 74
4	Определение ацетона в водно-ацетоновом растворе	10, 11, 14, 15, 62, 74
5	Определение водорастворимых сернистых красителей (тиозолей)	11, 61, 74

**Аналитический контроль для профиля
«Химия полимеров медико-биологического назначения»**

№ п/п	Тема	Литература
1	Определение содержания уксусной кислоты, аммиака и уксуснокислого аммония в ацетонитриле	9, 16, 20, 76
2	Определение азотной кислоты в гексаметилендиаммоний адипинате (соли АГ)	4, 6, 20, 77
3	Определение железа в гексаметилендиаммоний адипинате (соли АГ)	9, 17, 17, 20, 25
4	Определение концевых групп в полиамидах а) аминогрупп б) карбоксильных групп в) гидроксильных групп	15, 55, 77, 78
5	Определение небольших количеств гидрохинона	10, 11, 14, 78-80
6	Определение первичных ароматических аминов (анилина)	10, 15, 16, 20, 53
7	Анализ основного вещества в бензойной кислоте	10, 11, 14, 77
8	Определение серной и муравьиной кислот в диметилформамиде	16, 20, 77
9	Определение фенола в фенолформальдегидной смоле	10-12, 15, 20, 78
10	Определение формальдегида в фенолформальдегидной смоле	10-12, 15, 78
11	Определение солей карбоновых кислот в смешанных растворителях (определение ацетата натрия)	10, 11, 13, 15, 16, 20
12	Определение ацетона	10, 11, 14, 15
13	Определение свободной малеиновой кислоты в полиэфирной смоле	10, 11, 14, 78
14	Определение смеси бензойной и аминокaproновой кислот	10, 11, 77

3.2. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ К РАЗДЕЛУ 3

УЧЕБНИКИ И УЧЕБНЫЕ ПОСОБИЯ

1. Васильев В.П. Аналитическая химия: В 2 ч. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. Учеб. для химико-технологич. спец. вузов. М.: Дрофа, 2002.
2. Юинг, Г. Инструментальные методы химического анализа: учеб. пособие для хим. вузов / пер.с англ. Е. Н. Дороховой, Г. В. Прохоровой. - М.: Мир, 1989. - 608 с.
3. Ляликов, Ю.С. Физико-химические методы анализа / Ю.С. Ляликов. - 5-е изд. - М.: Химия, - 1974. – 536 с.
4. Худякова, Т.А. Кондуктометрический метод анализа: Учеб. пособие для вузов / Т.А. Худякова, А.П. Крешков. - М.: Высш. шк., 1975. - 207 с.
5. Булатов, М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа / М.И. Булатов, И.П. Калинин.- 5-е изд., перераб. - М.: Химия, 1986. – 432 с.
6. Справочник по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды / под общ. ред. Г. И. Арановича. - Л.: Судостроения, 1979. - 648 с.
7. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т.: учеб. для вузов по хим.-технол. направлениям и специальностям / под ред. А. А. Ищенко. - М.: Академия, 2010. - 767 с.
8. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учеб. для вузов по фармацевт. и нехим. специальностям / Ю.Я. Харитонов. - 4-е изд., стер. - М.: Высш. шк., 2008. - 560 с.

МОНОГРАФИИ

9. Шарло, Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. Ч.2. / Г. Шарло; пер. с франц., доп. и общ. ред. Ю. Ю. Лурье. - Изд. 2-е, испр. - М.: Химия, 1969. - 536 с.
10. Коренман, И.М. Фотометрический анализ. Методы определения органических соединений / И.М. Коренман. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Химия, 1975. - 350 с.
11. Губен-Вейль. Методы органической химии. Т. II : Методы анализа. - Изд. 2-е, стереотип. - М. : Химия, 1967. - 1032 с.
12. Лурье, Ю.Ю., Рыбникова Л.М. Химический анализ производственных сточных вод / Ю.Ю. Лурье, Л.М. Рыбникова. - М.: Химия, 1974. – 447 с.
13. Уильямс, У. Д. Определение анионов / пер. с англ. С. У. Крейнгольда [и др.]. - М. : Химия, 1982. - 624 с.
14. Полюдек-Фабини, Р. Органический анализ. Руководство по анализу органических соединений, в том числе лекарственных веществ / пер. с нем. А. Б. Томчина. - Л. : Химия, 1981. - 624 с.
15. Сиггия, С. Количественный органический анализ по функциональным группам / С. Сиггия, Дж.Г. Хана; пер. с англ. А. П. Сергеева. - М.: Химия, 1983. - 672 с.
16. Титриметрические методы анализа неводных растворов / под ред. В. Д. Безуглова. - М. : Химия, 1986. - 384 с.
17. Аналитическая химия элементов. Серия монографий. М.: Наука, 1960-1979.
18. Колориметрические (фотометрические) методы определения неметаллов / пер. с англ З. И. Подгайского; под ред. А.И. Бусева. - М.: Изд-во иностр. лит., 1963. - 467 с.

МЕТОДИЧЕСКИЕ ПОСОБИЯ И УКАЗАНИЯ

19. Филимонов Д.А. Лабораторный практикум по физико-химическим методам анализа (фотометрия и турбидиметрия) / Д.А. Филимонов, А.В. Волков, Л.А. Кочергина, Н.Г. Дмитриева; под ред. М.И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. Иваново, 2011. – 128 с. (библ. 186).
20. Базанов, М.И. Физико-химические методы анализа (электрохимические и хроматографические методы анализа): лабораторный практикум / М.И. Базанов, Л.А. Кочергина, Р.П. Морозова, В.В. Черников; под ред. М.И. Базанова. - Иван. гос. хим.-технол. ун-т. - Иваново, 2012. – 117 с.

ЛИТЕРАТУРА ПО СПЕЦИАЛЬНОСТИ

21. Аналитический контроль производства в азотной промышленности. - М.: Госхимиздат, 1953.
22. Аналитический контроль в производстве серной кислоты. - М.: Химия, 1979. 287 с.
23. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов. - М.: Химия, 1975. 215 с.
24. Руководство к практическим занятиям по технологии неорганических веществ: Учебное пособие для вузов. Под. рук. М.Е. Позина. 4-е изд., перераб. и доп. - Л.: Химия, 1986. 368 с.
25. Клещев Н.Ф., Костыркина Т.Д., Бескова Г.С., Моргунова Е.Т. Аналитический контроль в основной химической промышленности. - М.: Химия, 1992.
26. Жендарева О.Г., Мухина З.С. Анализ гальванических ванн. - М.: Химия, 1970. - 280 с.

27. Котик Ф.И. Ускоренный контроль растворов и расплавов. - М.: Машиностроение, 1978. - 192 с.
28. Круглова Е.Г., Вячеславов П.М. Контроль гальванических ванн и покрытий. - М.-Л.: Машгиз, 1961. - 147 с.
29. Никандрова Л.Н., Герасимов Н.Н., Иванова Л.В., Кондратович Г.А. Анализ электролитов и растворов. - Л.: Госхимиздат, 1963. - 310 с.
30. Богеншюти А.Ф., Георге У. Электролитическое покрытие сплавами (методы анализа). - М.: Metallurgia, 1980. - 192 с.
31. Кудрявцев Н.Т. Электролитические покрытия металлами. - М.: Химия, 1979. 352 с.
32. Лайнер В.И. Защитные покрытия металлами.- М.: Metallurgia, 1974. 559с.
33. Вэйнер Я.В., Дасоян М.А. Технология электрохимических покрытий. - Л.: Машиностроение, 1972. - 463 с. Книги серии «Библиотека гальванотехника» по отдельным видам покрытий.
34. Методы анализа материалов, применяемых в электровакуумной промышленности. /под ред. Ю.А. Клячко. - М.: Советское радио, 1972. - 407 с.
35. Немодрук А.А., Егизарова Н.В., Боганова А.Н., Клейменова О.К. Фотометрические методы анализа в цветной металлургии. - М.: Metallurgia, 1981.
36. Степин В.В., Силаева Е.В., Курбатова В.И., Ханова Т.Ф., Барбаш Т.Л., Поносов В.И. Анализ цветных металлов и сплавов. - М.: Metallurgia, 1963.
37. Барковский В.Ф., Ганопольский В.И. Дифференциальный спектрофотометрический анализ. - М.: Химия, 1969.
38. Бусев А.И., Типцова В.Г., Иванов В.М. Практическое руководство по аналитической химии редких элементов. - М.: Химия, 1966.
39. Панасюк В.И. Химический анализ стекла и сырьевых материалов. - М.: Стройиздат, 1971.

40. Методы исследования и контроля в производстве фарфора и фаянса /под ред. А.И. Августиновича, И.Я. Юрчака. - М.: Легкая индустрия, 1971.
41. Курбатова И.И. Современные методы анализа строительных материалов. - М.: Стройиздат, 1972.
42. Самуэльсон О. Ионнообменные разделения в аналитической химии. - М.: Химия, 1966.
43. ГОСТ 26951-86. Определение нитратов в почве ионометрическим методом.
44. Демина Л.А., Краснова Н.Б., Юрищева Б.С., Чупахин М.С. Ионметрия в неорганическом анализе. - М.: Химия, 1991.
45. Чепик М.Н., Христофоров Б.С. Лаборант-аналитик свинцово-цинковых сточных вод. - М.: Metallurgy, 1965.
46. Шемякин Ф.М., Степин В.В. Ионнообменный хроматографический анализ металлов - М.: Metallurgy, 1965.
47. Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: Учебн. для почвенно-агрохим. спец. ун-тов и вузов. - М.: Высш. шк., 1991.
48. Справочное руководство по применению ионоселективных электродов. /пер. с англ.; под ред. О.М. Петрухина. - М.: Мир, 1986.
49. Кальвода Р., Зыка Я., Штулик К. и др. Электроаналитические методы в контроле окружающей среды /пер. с англ.; под ред. Е.Я. Неймана. - М.: Химия, 1990.
50. Лувишис Л.А., Биренбаум Е.И. Технический контроль в хлопчатобумажном отделочном производстве. - М.: Легкая индустрия, 1971.
51. Лабораторный практикум по применению красителей: Учеб. пособие для вузов /под ред. Б.Н. Мельникова. - М.: Легкая индустрия, 1972.
52. Лабораторный практикум по химической технологии волокнистых материалов: Учеб. пособие для химико-технол. спец. вузов / под. ред. Ф.И. Садова. - М.: Гизлегпром, 1963.

53. Гусев В.П., Крикунова К.Ф. Технический анализ при отделке тканей и трикотажных изделий. - М.: Легкая индустрия, 1934.
54. Лабораторный практикум по химической технологии волокнистых материалов: Учеб. пособие для химико-технол. спец. вузов. - М.: Легкая индустрия, 1976.
55. Контроль производства химических волокон: Справочное пособие. /Под ред. А.Б. Пашквера и А.А. Конкина. - 2-е изд. перераб. и доп. - М.: Химия, 1967.
56. Беликов В.Г. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учеб. пособие для фармацевт. институтов. - М.: Высш. шк., 1989.
57. Машковский М.Д. Лекарственные средства. Ч.1. М.: Медицина, 1993.
58. Государственная фармакопея СССР. Издание 11. Общие методы анализа. Растительное сырье. - М.: Медицина, 1987.
59. Физические и физико-химические методы анализа органических соединений. Т.1. - М.: Наука, 1970.
60. Степанов Б.И. Введение в химию и технологию органических красителей. - 3-е изд. - М.: Химия, 1984.
61. Ластовский Р.П., Вайнштейн Ю.И. Технический анализ в производстве промежуточных продуктов и красителей. - М.: Госхимиздат, 1958.
62. Колесников А.Л. Технический анализ продуктов органического синтеза. - М.: Высш. шк., 1966.
63. Лакокрасочные материалы: Технические требования и контроль качества: Справочное пособие. /Сост. Карякина М.И., Майорова Н.В., Викторова М.И. - М.: Химия, 1984.
64. Байбаева С.Т., Миркинд А.А., Крылова Л.П. и др. Методы анализа лакокрасочных материалов. - М.: Химия, 1974.
65. Горловский И.А. и др. Лабораторный практикум по пигментам и пигментированным лакокрасочным материалам: Учеб. пособие для вузов. - Л.: Химия, 1990.

- 66.ОСТ 18-262-75 Саломас нерафинированный для маргариновой промышленности.
- 67.ГОСТ 26931-86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения меди.
- 68.ГОСТ 26928-86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения железа.
- 69.ГОСТ 26929-86 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения токсических веществ.
- 70.Коренман И.М. Практикум по аналитической химии (оптические методы анализа): Учеб. пособие. Воронеж: Изд-во ВГУ, 1989.
- 71.ГОСТ 2156-52 Натрий двууглекислый (бикарбонат).
- 72.ГОСТ 13685-84 Соль поваренная. Методы испытания.
- 73.Писаренко В.В., Захаров Л.С. Основы технического анализа: Учеб. пособие для профес.-техн. учебн. заведений. - М.: Высш. шк., 1972.
- 74.Аналитический контроль производства искусственных волокон: Справочное пособие. /Под. ред. Дибровы А.К., Матвеева В.С. - М.: Химия, 1986.
- 75.ГОСТ 2184-63 Кислота серная техническая.
- 76.Баранова В.Г. Аналитический контроль производства основных мономеров для синтетических каучуков. - Л.: Химия, 1967.
- 77.Аналитический контроль производства синтетических волокон: Справочное пособие. /Под ред. А.С. Чеголи и Н.М. Кваша. - М.: Химия, 1982.
- 78.Калинина Л.С., Моторина М.А., Никитина Н.И., Хачапуридзе. Анализ конденсационных полимеров. - М.: Химия, 1984.
- 79.Аналитическая химия полимеров: в 3 т. /под ред. Клейна Г. / пер. с англ. - М.: Изд-во иностранной литературы, 1963-1963. Т.1.
- 80.Методы анализа акрилатов и метакрилатов: Практическое руководство. /ред. Морозов Л.А. [и др]. - М.: Химия, 1972.

СПРАВОЧНАЯ ЛИТЕРАТУРА

81. Вредные вещества в промышленности. Ч. I-III. Справочник для химиков, инженеров и врачей / под. ред. Н.В. Лазарева. - Л.: Химия, 1977.
82. Долин П.А. Справочник по технике безопасности. - Изд. 4-е, перераб. - М.: Энергия, 1973.
83. Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ. - М.: Химия, 1967.
84. Коростылев П.П. Лабораторная техника химического анализа /под. ред. А.И. Бусева. - М.: Химия, 1981.
85. Коростылев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ /Акад. наук СССР Ин-т металлургии. 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Наука, 1964.
86. Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. - Изд. 7-е. - М.: Альянс, 2007. - 447 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	3
1. СОДЕРЖАНИЕ ЛЕКЦИОННОГО КУРСА, ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМА, КОЛЛОКВИУМОВ И ЗАЧЕТА	
1.1. Содержание лекционного курса	5
1.2. Самостоятельная работа студентов	11
1.3. Подготовка к лабораторным занятиям	12
1.4. Лабораторный практикум	13
1.5. Образец оформления отчета по лабораторной работе	17
1.6. Содержание домашних заданий	21
1.7. Содержание коллоквиумов	28
1.8. Вопросы для самопроверки к коллоквиуму №1	31
1.9. Вопросы для самопроверки к коллоквиуму №2	37
1.10. Программа зачета по ФХМА	44
1.11. Список литературы к разделу 1	45
2. ТЕМАТИКА ДОКЛАДОВ И РЕФЕРАТОВ, ВОПРОСЫ ДЛЯ СОБЕСЕДОВАНИЯ	
2.1. Тематика докладов и рефератов	47
2.2. Вопросы для собеседования	58
3. УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ	60
3.1. Рекомендации по выполнению УИРС, оформлению отчета по работе	64
3.2. Список литературы к разделу 3	88

Составители:

Лыткин Александр Иванович
Чернявская Наталья Вячеславовна
Березина Надежда Михайловна

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ ПРИ ИЗУЧЕНИИ
ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

Под. редакцией М.И. Базанова

Техн. редактор В.Л. Родичева

Подписано в печать. Формат 60×84 1/16. Бумага писчая. Печать плоская. Усл.
печ. л. 5,35. Уч.-изд. л. 5,93. Тираж экз. Заказ

Ивановский государственный химико-технологический университет
153000, г. Иваново, пр. Шереметевский, 7

Отпечатано на полиграфическом оборудовании
кафедры экономики и финансов ФГБОУ ВПО «ИГХТУ»
153000, г. Иваново, пр. Шереметевский, 14