

«Утверждаю»

Зав. кафедрой химии
проф. Чиркин А.А.
«27 » декабря 2011 г.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ
И ВЫПОЛНЕНИЯ КОНТРОЛЬНОЙ РАБОТЫ**

**по учебной дисциплине
АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ**

**для студентов 1 курса БФ ОЗО,
специальности 1-33 01 01 «Биоэкология»
(переработанные и дополненные)
Составитель доцент В.П. Быстряков**

**Витебск
ВГУ им. П.М. Машерова
2011**

Методические указания подготовлены на основе Учебной программы по аналитической химии (2009г., составитель: старший преподаватель кафедры химии Борисевич И.С), составленной на основе типовой учебной программы для высших учебных заведений по специальностям 1-31 01 01 Биология; 1-33 01 01 Биоэкология, утвержденной 16.06.2008 года, регистрационный № ТД- G. 143 /тип.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

Аналитическая химия изучается студентами ОЗО специальности 1-33 01 01 «Биоэкология» на первом курсе, во втором (весеннем) семестре. Вначале студенты самостоятельно, руководствуясь учебной программой и данными методическими указаниями, теоретически изучают основную часть разделов (тем) курса аналитической химии. Список литературы приведен ниже. Названия разделов, тем и соответствующие главы учебников и других учебных пособий предусмотренные для изучения указаны ниже в тексте контрольной работы. Всего на изучение Аналитической химии учебный план предусматривает 94 часа, также как на дневном отделении. Из них на Управляемую самостоятельную работу в течение семестра учебный план отводит 48 час.

Приступая к изучению каждого раздела, рекомендуем вначале ознакомиться с его содержанием (списком тем) в Учебной программе, которое приведено после названия раздела более мелким шрифтом (*названия тем и входящих в них разделов предусмотренные для управляемого самостоятельного изучения приведены в тексте Контрольной работы*). Затем изучите материал по тексту указанных глав в учебнике. Наконец приступайте к выполнению предусмотренного по данной теме задания (ответа на теоретические вопросы, решения расчетной задачи) вашего варианта контрольной работы.

Литература Основная

1. Основы аналитической химии / под ред. Ю.А. Золотова. Учебник в 2-х кн. – Кн.1.- М., 2004 (издание 3-е), или 1999 (издание 2-е).
2. Основы аналитической химии / под ред. Ю.А. Золотова. Учебник в 2-х кн. – Кн.2.- М., 2004 (издание 3-е), или 1999 (издание 2-е).
3. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы / под ред. Ю.А. Золотова. – М., 2002.
4. Основы аналитической химии. Практическое руководство / под ред. Ю.А. Золотова. – М., 2001.

Примечания: 1. Учебные пособия 1-4 в печатном варианте имеются в читальном зале библиотеки ВГУ в одном экземпляре (для пособий 1,2 издание 2004 и 2010г.). Несколько экземпляров этих учебных пособий имеется также на абонементе (для пособий 1,2 издание 1999 г.), где их в принципе можно взять на определенный правилами срок. Между текстом учебника 1,2 издания 1999 и 2004г. отличия небольшие – для чтения и выполнения контрольной работы можно использовать любое издание. Если нужный текст содержится только в одном издании, то это будет указано (см., например, на стр. 4). Однако в 4-м издании, которое переработано и дополнено, названия и нумерация глав и параграфов

часто не совпадает с рекомендованными 2-м и 3-м изданиями (и поэтому не указано в списке литературы).

2. Для студентов в читальном зале ВГУ доступны также электронные версии этих пособий (для учебника 1,2 издание 2004 г.). Для чтения нужного пособия в электронной версии, кликните на рабочем столе любого компьютера в читальном зале ярлык «Электронные версии печатных изданий». К сожалению, скачивание этих текстов, в связи с защитой авторских прав, невозможно.

3. Если вы не сможете в течение семестра работать в читальном зале библиотеки ВГУ, а там где вы проживаете, указанная литература отсутствует, рекомендуем вам, во время вашего пребывания на зимней сессии в ВГУ, распечатать в библиотеке ВГУ необходимую для дальнейшей самостоятельной работы необходимую часть текста основной учебной литературы. Такая распечатка может быть выполнена по вашей заявке работником читального зала (услуга платная).

Дополнительная литература

5. Меркушева С.А. Методика решения задач по аналитической химии. - Минск, 1985.

6. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – Москва, 1972.

7. Логинов Н.Я. и др. Аналитическая химия. Москва, 1975.

(Книги 5 и 7 (или 6) выдаются всем студентам ОЗО на абонементе на семестр).

8. Пособие для изучения Аналитической химии (электронная версия содержится в папке Аналитическая химия (папка 30)). Пособие разработано на кафедре химии для студентов заочников в качестве дополнительного учебного пособия.

Во время сессии во втором семестре вам будут прочитаны 5 лекций (10 часов) и проведено 3 лабораторных занятия (6 часов). Тематический план лекций и лабораторных занятий, методические указания к лабораторным занятиям имеются в электронном виде в папке предмета Аналитическая химия (папка 30). Содержание лекций будет охватывать, в основном те разделы (темы), которые вы еще не изучали самостоятельно, или изучили только частично. Лабораторные занятия ставят целью приобретение студентами практических умений и навыков проведения количественного анализа титриметрическими методами, проведения соответствующих расчетов, статистической обработки результатов анализа и их представления.

Студенты, получившие **зачет по письменной контрольной работе** (выставляется в зачетку отдельно), прослушавшие лекционный курс (проверяется наличие конспекта лекций), выполнившие и получившие зачет по трем лабораторным работам (ставится подпись в вашем лабораторном журнале и делается отметка в журнале преподавателя за каждую зачетную лабораторную работу) получают **зачет по учебной дисциплине Аналитическая химия** (за 94 часа). Оформление зачета проводится после последнего лабораторного занятия.

Студенты, пропустившие лекции или лабораторные занятия для получения зачета должны отработать соответствующий учебный материал. Отработка проводится по направлению деканата. В случае неубажительной причины пропуска отработка платная.

КОНТРОЛЬНАЯ РАБОТА

Согласно учебному плану студент заочного отделения во втором семестре выполняет одну контрольную работу по аналитической химии. Работа выполняется **письменно**. **Контрольная работа должна быть представлена в деканат не позднее, чем за 10 дней до начала сессии!**

После регистрации в деканате работа передается на кафедру химии, где также регистрируется в специальном журнале (к. 515). Преподаватель получает работу для проверки, делая запись в этом журнале. Зачтенная работа остается у преподавателя, который делает запись о зачете в этом же журнале. Незачтенная работа также регистрируется в журнале на кафедре и возвращается в деканат, где студент получает ее для доработки. Доработанная работа вновь сдается в деканат, откуда затем повторно передается на кафедру.

ОБЩИЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ

В контрольной работе 10 заданий по разным темам. Задания контрольной работы тем 1-6, 10 включают по 2 теоретических вопроса, а тем 7-9 включают 1 вопрос и 1 расчетную задачу.

Ответы на теоретические вопросы, как правило, можно найти в тексте учебника. Если это *определение понятия*, то, как правило, оно содержится в тексте в готовом виде. Для составления ответа на другие теоретические вопросы понадобится изучить соответствующий текст на одной или нескольких страницах указанной главы (параграфа), а затем на его основе составить ответ. **Отвечайте только на заданный вопрос, по существу.** *Не переписывайте весь текст главы (параграфа) подряд, а только тот текст, который соответствует вопросу (в противном случае ответ может быть не зачтен).* При ответе на вопросы, связанные с химическими реакциями, необходимо привести их уравнения.

Для ответа на теоретические вопросы в тексте контрольной работы (после названия тем, или после текста вопроса) указаны номера соответствующих глав, или страниц.

Решение расчетных задач должно включать уравнения реакций (если решение задачи связано с химической реакцией), используемые расчетные формулы (вначале в общем виде, а затем с подставленными данными для расчета, с указанием размерности величин). Решение задач связанных с титрованием, как правило, нужно решать по закону эквивалентов. Для вычисления массы вещества обычно необходимо определить по уравнению реакции, а для окислительно-восстановительной реакции – по изменению степени окисления (по полуреакции) фактор эквивалентности. Молярная масса эквивалента вычисляется по формуле $M_3 = M \cdot f_3$. Все промежуточные вычисления приводятся полностью. Указывайте обязательно размерность величины в ответе. **Учитывайте значащие цифры, округление может производиться только в соответствии с правилами округления** (подробнее см. (3), гл. 1.1, с. 5-8, или (1) издание 1999 г, гл. 2.6) иначе решение может быть не зачтено. Молярные массы, используемые для расчетов, также нельзя произвольно округлять - они должны содержать необходимое для расчета количество значащих цифр (см. таблицу молярных масс в конце пособия (5) С.А. Меркушевой, с.219-220).

В частности, если требуется произвести расчеты по результатам титрования, то обычно значения объемов аликвотной части анализируемого раствора и тит-

ранта (в мл) содержат 2 цифры после запятой (последняя цифра – неточная). Например: При определении меди в сплаве иодометрическим методом навеску сплава 0,2000 г растворили в объеме 100,0 мл. На титрование аликвотной части 10,00 мл (части взятой для титрования) анализируемого раствора израсходовано 8,53 мл 0,0100 М раствора тиосульфата (титрант).

В этом случае для расчета берем мол. массу (Cu) 63,54, а не 63 или 63,5. После расчета по соответствующей формуле получаем содержание меди 27,095%, которое округляем до сотых долей %: 27,10%.

Для решения задач используйте теоретическое введение и примеры решения задач из пособий 3 и 5.

При пользовании дополнительными учебными пособиями (5 - 7), необходимо учитывать, что часть информации в нем устарела, поэтому данное пособие и является дополнительным. В первую очередь это относится к терминологии и размерности величин, в частности единиц концентрации. Поэтому, если вы все же будете использовать эти пособия, вам иногда придется в тексте своего ответа заменять устаревшие термины и единицы на современные в соответствии с терминологией и единицами измерения, используемыми в Учебной программе, в тексте заданий и в учебных пособиях списка основной литературы. Тем не менее, использование некоторой старой терминологии не будет препятствием для зачисления контрольной работы, если ответ на теоретические вопросы дан верный по существу, а задача решена правильно, но другим способом.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ И ЗАДАЧИ

Вам необходимо выполнить полностью одно задание из каждой темы - ответить на все вопросы и решить задачу там, где она есть. Номер задания совпадает с **последней цифрой вашего номера зачетки**. Например, студент, у которого последняя цифра номера зачетки – 5, выполняет из каждой темы задание №5; если номер зачетки заканчивается цифрой 0, вы выполняете задания №10.

Тема 1. Введение. Основные аналитические проблемы: снижение пределов обнаружения и определения, повышение точности, обеспечение экспрессности, следовый анализ и анализ микрообъектов, анализ без разрушения, локально-распределительный анализ (анализ процессов), дистанционный анализ. Химические, физико-химические, физические и биологические методы анализа. Макро-, микро- и ультрамикрoанализ.

- 1) Одной из основных аналитических проблем является *снижение пределов обнаружения*. Перечислите приемы, которые для этого используют. См. (4), гл. 1.
- 2) Охарактеризуйте понятие *ультрамикроанализ*. См. (4), гл. 1.
- 1) Одной из основных аналитических проблем является *повышение точности*. Дайте пояснения. Приведите примеры. См. (1), гл. 2.2.
- 2) Охарактеризуйте понятие *микроанализ*. См. (4), гл. 1.
- 1) Одной из основных аналитических проблем является *повышение экспрессности*. Дайте пояснения. Приведите примеры. См. (1), гл. 2.2.
- 2) Охарактеризуйте понятие *макроанализ*. См. (4), гл. 1.
- 1) Одними из основных аналитических проблем являются *следовый анализ* – определение веществ в ультрамикрoколичествах. Приведите примеры таких определений при анализе воздуха. См. (2), гл. 17.6.
- 2) Охарактеризуйте понятие *метод анализа*. Приведите примеры из своей контрольной работы. См. (1), гл. 1.2.

5. 1) Одной из основных аналитических проблем является *анализ без разрушения*. Приведите примеры такого анализа для органических и биологических объектов. См. (1), гл. 17.7.

2) Дайте определение понятия *методика анализа*? Приведите примеры из своей контрольной работы. См. (1), гл. 1.2.

6. 1) Одной из основных аналитических проблем является *следовый анализ* – определение веществ в ультрамикрочколичествах. Приведите примеры таких определений при анализе природных и сточных вод. См. (2), 17.6.

2) Дайте определение понятия *методика анализа*? Приведите примеры из своей контрольной работы. См. (1), гл. 1.2.

7. 1) Одной из основных аналитических проблем является *дистанционный анализ*. Дайте пояснения. Приведите примеры. См. (1), гл. 2.2.

2) Когда в аналитической химии используют понятие *обнаружение*? Приведите примеры. См. (4), с. 5 - 6.

8. 1) Какие методы химического анализа относят к: *химическим, физическим, физико-химическим, биологическим методам*? Приведите примеры из своей контрольной работы. См. (1), гл. 1.2.2.

2) Когда в аналитической химии используют понятие *определение содержания*? См. (4), с.5. Приведите примеры из своей контрольной работы.

9. 1) Охарактеризуйте *биологические методы анализа*. Приведите примеры использования таких методов для анализа объектов окружающей среды. См. (2), гл. 15.

2) Дайте определение понятия *метод анализа*. Приведите примеры из своей контрольной работы. См. (1), гл. 1.2.

10.1) Дайте определение понятий: *макро-, микро-, ультрамикрoанализ*. См. (4), гл. 1.

2) В чем отличие между *химическими и физическими методами анализа*? Ответ поясните примерами. См. (1), гл. 1.2.2.

Тема 2. Метрологические основы химического анализа. Аналитический сигнал и помехи. Систематические и случайные погрешности анализа. Правильность и воспроизводимость результатов анализа, предел обнаружения и коэффициент чувствительности, нижняя и верхняя границы определяемых содержаний. Статистическая обработка результатов измерений. Среднее, дисперсия, стандартное отклонение. См. (1), гл.2; или (3), гл.1.

1. 1) Что такое *аналитический сигнал*? Приведите примеры из своей контрольной работы. Какой формулой выражается связь его интенсивности с содержанием вещества?

2) В чем сущность *метода добавок*? Для чего и как он применяется?

2. 1) Что такое *сигнал фона*? Как его учитывают?

2) В чем сущность *метода стандартов*? Для чего и как он применяется?

3. 1) Что такое *выборочная совокупность (выборка)*? Для чего и как применяется *Q-критерий*?

2) Как рассчитывают *коэффициент чувствительности*? Что он характеризует?

4. 1) Дайте определение понятия *правильность и воспроизводимость* результатов анализа?

2) Дайте определение понятия *предел обнаружения*. По какой формуле его можно рассчитать?

5. 1) Причины *систематических и случайных погрешностей* анализа?

2) Для чего используется понятие *диапазон определяемых содержаний*? Дайте

определение этого понятия? В каком случае (обнаружения или определения веществ) его используют?

6. 1) Чем оценивается *случайная погрешность* анализа?

2) Почему химиков-аналитиков чаще интересует *нижняя* (а не *верхняя*) *граница определяемых содержаний*? Дайте определение этого понятия?

7. 1) Какое значение определяемой величины обычно принимают за *нижнюю границу определяемых содержаний*? Что характеризует это понятие: а) точность, б) чувствительность, в) и то и другое (дайте один ответ)?

2) Какие причины вызывают *промахи* анализа?

8. 1) Для чего проводят статистическую обработку результатов анализа? Можно ли ее провести, если анализ выполнен один раз ($n=1$)?

2) В каких случаях используют понятие *предел обнаружения*, а когда понятие *нижняя граница определяемых содержаний*?

9. 1) Как поступают с результатами повторных анализов (выборки), которые оценены с использованием Q-критерия как *промахи*?

2) Как можно рассчитать *коэффициент чувствительности* графически по прямолинейному градуировочному графику?

10. 1) Какими метрологическими характеристиками выборочной совокупности можно охарактеризовать *правильность* и *воспроизводимость* результатов анализа? Приведите соответствующие формулы для расчета.

2) В чем различие понятий (терминов) *правильность* и *воспроизводимость*?

Тема 3. Методы пробоотбора и пробоподготовки. Представительность пробы, проба и объект анализа, проба и метод анализа. Объекты окружающей среды: воздух, природные воды (поверхностные, подземные), атмосферные осадки, почвы, донные отложения. Характерные особенности и задачи их анализа. Биологические объекты. Санитарно-гигиенический контроль. Производственный анализ. Анализ технологических растворов, сточных вод. См. (1), гл.3 (ко всем вопросам).

1. 1) Дайте определение понятия *представительная проба*. Как надо отбирать пробу, чтобы она была *представительная*?

2) Охарактеризуйте особенности *пробоотбора* для анализа воздуха. См. также (2), гл.17.6.

2. 1) В чем разница между: *генеральной, лабораторной и анализируемой пробами*?

2) Охарактеризуйте особенности *пробоотбора* и *хранения проб* для анализа природных вод. См. также (2), гл.17.6.

3. 1) Какие конкретно свойства объекта анализа надо учитывать при выборе *способа отбора* и *величины отбора пробы*?

2) Охарактеризуйте *особенности пробоотбора* и *хранения проб* для анализа сточных вод. См. также (2), гл.17.6.

4. 1) От чего зависит выбор *способа* и *размер отбора пробы*?

2) Охарактеризуйте особенности *пробоотбора* для анализа почв (твердые, сыпучие вещества).

5. 1) Дайте определение понятия *представительная проба*. Как надо отбирать пробу, чтобы она была *представительная*?

2) Охарактеризуйте способы консервации и хранения проб.

6. 1) В чем разница между: *генеральной, лабораторной и анализируемой пробами*?

- 2) Охарактеризуйте особенности пробоотбора и пробоподготовки при автоматизированном лабораторном анализе. См. (2), гл.16.4 (2004), или гл. 16.1-16.3 (1999).
7. 1) От чего зависит выбор *способа и размер отбора пробы*? Приведите примеры.
2) Приведите примеры применения автоматизированного проточно-инжекционного анализа объектов окружающей среды. См. (2), таблицу в гл.16.4 (2004), или гл. 16.3 (1999).
8. 1) Дайте определение понятия *представительная проба*. Как надо отбирать пробу, чтобы она была *представительная*?
2) Приведите примеры применения автоматизированного проточно-инжекционного анализа пищевых продуктов. См. (2), таблицу в гл.16.4 (2004), или в гл. 16.3 (1999).
9. 1) Какие конкретно свойства объекта анализа надо учитывать при выборе *способа отбора и величины отбора пробы*?
2) Охарактеризуйте направления автоматизации *пробоотбора и пробоподготовки* для производственного анализа. См. (2), гл.16.
10. 1) От чего зависит выбор *способа и размер отбора пробы*?
2) Применение автоматических газоанализаторов для контроля состава воздуха. См. (2), гл.17.6.

Тема 4. Методы разделения и концентрирования. Разделение осаднением. Реагенты-осадители общего назначения. Разделение катионов на группы сульфидным, кислотнo-щелочным и аммиачно-фосфатным методами. Групповые реагенты анионов. Осаждение как метод концентрирования. Концентрирование методом соосаждения (неорганические и органические осадители). Важнейшие растворители и реагенты, используемые в экстракции. Хелатные соединения в экстракции. Реэкстракция. Приборы для экстракции.

1. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? См. (4), с. 120. Охарактеризуйте принцип и применение *сульфидного метода* (схемы) разделения катионов. См. (4), с.121, или (7), с. 11-13.
2) Какие *приборы* можно использовать для периодической экстракции? См. (1), гл. 7.5.3 (Способы осуществления экстракции), или (4), с. 147.
2. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? См. (4), с. 120. Охарактеризуйте принцип и применение *аммиачно-фосфатного метода* (схемы) разделения катионов. См. (4), с. 121, или (7), с.14-15.
2) Какие свойства растворителей, используемых для экстракции органических веществ и комплексных соединений элементов, могут оказывать влияние на экстракцию? См. (4), с. 147, или (1), гл. 7.5.3.
3. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? См. (4), с. 120. Охарактеризуйте принцип и применение *кислотно-щелочного метода* (схемы) разделения катионов. См. (4), с.121, или (7), с. 13-14.
2) Охарактеризуйте сущность и применение в анализе метода соосаждения. См. (1), гл. 7.4.
4. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? См. (4), с. 120. Назовите *групповой реагент I* группы анионов и перечислите анионы, входящие в эту группу. См. (4), с. 135.
2) Какой метод более применим для *концентрирования* микрокомпонентов: осаждение или соосаждение? Ответ поясните. См. (1), гл. 7.4.

5. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? См. (4), с. 120. Назовите *групповой реагент* II группы анионов и перечислите анионы, входящие в эту группу. См. (4), с. 135.

2) Охарактеризуйте принцип и применение *соосаждения* как метода концентрирования. Какие неорганические реагенты используют в качестве осадителей (*коллекторов*) в этом методе? См. (1), гл. 7.4.

6. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? См. (4), с. 120. Есть ли *групповой реагент* для III группы анионов? Ответ поясните. Перечислите анионы, входящие в эту группу. См. (4), с. 135.

2) Перечислите важнейшие *экстрагенты*, используемые для экстракции ионов металлов. В виде, каких соединений, обычно экстрагируются металлы? См. (4), с. 143-146.

7. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? Для разделения каких веществ (органических или неорганических) обычно применяют осаждение? См. (1), гл. 7.4.

2) Для какой цели при экстракции ионов металлов дополнительно применяют *маскирующие реагенты*? Приведите примеры. См. (4), с. 146.

8. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? В чем принципиальное отличие анионов I и II группы от анионов III группы. См. (4), с. 135.

2) Перечислите важнейшие *растворители*, используемые для экстракции органических веществ и комплексных соединений элементов. См. (4), с. 146-147.

9. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? Назовите *групповой реагент* I группы анионов и перечислите анионы, входящие в эту группу. См. (4), с. 135.

2) Для каких целей применяют *реэкстракцию*? См. (4), с. 148.

10. 1) На чем основано *разделение методом осаждения*? Назовите *групповой реагент* II группы анионов и перечислите анионы, входящие в эту группу. См. (4), с. 135.

2) Какие *приборы* можно использовать для непрерывной экстракции? См. (1), гл. 7.5.3 (Способы осуществления экстракции).

Тема 5. Гравиметрические методы анализа Важнейшие неорганические и органические осадители. Требования к гравиметрической форме. Изменение состава осадка при высушивании и прокаливании. Аналитические весы. Факторы, влияющие на точность взвешивания. Растворимость осадка в зависимости от структуры и размера частиц. Условия получения кристаллических осадков. Гомогенное осаждение, соосаждение и последующее осаждение. Виды соосаждения: адсорбция, окклюзия, изоморфизм и др. Причины загрязнения осадка. См. (2), гл. 9.1

1. 1) Что такое *гравиметрическая форма*? Каким требованиям должна удовлетворять гравиметрическая форма?

2) Ионы каких металлов можно определить, используя в качестве *осадителя* серную кислоту?

2. 1) Охарактеризуйте условия получения *кристаллических осадков*.

2) Ионы каких металлов можно определить, используя в качестве *осадителя* 2-аминобензойную кислоту?

3. 1) Чем отличается *соосаждение* от *совместного осаждения*? Охарактеризуйте

те *адсорбцию* как вид соосаждения.

2) Совпадает ли осаждаемая форма с *гравиметрической* при определении Ag(I) ? Приведите химические формулы этих форм (или одну, если совпадает).

4. 1) Охарактеризуйте три вида *загрязнения осадка* при осаждении. Какой вид загрязнения является основной причиной загрязнения?

2) Охарактеризуйте *изоморфизм* как вид соосаждения.

5. 1) Что такое *осаждаемая форма* и *гравиметрическая форма*?

2) Перечислите важнейшие неорганические *осадители*.

6. 1) Перечислите важнейшие органические *осадители*. Каковы преимущества органических осадителей по сравнению с неорганическими?

2) Охарактеризуйте *окклюзию* как вид соосаждения.

7. 1) Меняется ли состав осадка при *высушивании* или *прокаливании*. Приведите примеры.

2) В чем сущность метода *гомогенного осаждения* (осаждение из гомогенного раствора)? В чем преимущество этого метода перед классическим методом осаждения?

8. 1) Какие процессы происходят во время *старения осадка*? Почему старение кристаллических осадков выгодно для гравиметрического анализа?

2) Совпадает ли осаждаемая форма с *гравиметрической* при определении Sn(IV) ? Приведите химические формулы этих форм (или одну, если совпадает).

9. 1) Перечислите правила обращения с *аналитическими весами*. От каких факторов зависит величина навески? Приведите примеры.

2) Совпадает ли осаждаемая форма с *гравиметрической* при определении Ca(II) ? Приведите химические формулы этих форм (или одну, если совпадает).

10. 1) От каких факторов зависит, будет ли осадок *кристаллическим* или *аморфным*? Приведите примеры.

2) Охарактеризуйте применение гравиметрии для определения органических веществ.

Тема 6. Хроматографические методы разделения и анализа. Основные принципы метода. Устройство хроматографической установки и принцип ее действия. Типы стационарных и подвижных фаз. Время удерживания. Объем удерживания. Коэффициент емкости и коэффициент распределения. Разрешение. См. (3), гл.7.1.; (1), гл. 8.1-3., 8.4.4., 8.5.1.-2.

Тарелочная теория хроматографии. Число тарелок. Высота тарелки (ВЭТТ). Уравнение Ван-Деемтера. См. (3), гл.7.2, (1), 8.4.1.

Виды хроматографии: жидкостная, газовая, колоночная, плоскостная, адсорбционная, ионообменная, распределительная. Хроматография высокого разрешения: гель-хроматография, аффинная хроматография. См. (1), гл.8, 8.1.

Газовая (газотвердофазная и газожидкостная хроматография). Подвижные и неподвижные фазы. Природа аналитического сигнала. Детекторы: катарометр, пламенно-ионизационный детектор, детектор электронного захвата. См. (1), гл.8.6. Хроматограмма и методы ее обработки. См. (3), гл.7.1.; (1), гл. 8.3. Качественная и количественная хроматография. Методы нормировки. Метод внутреннего стандарта. См. (3), гл.7.3,4; (1), гл.8.5.3. Области и примеры применения метода. Определяемые вещества. Примеры определения биологических объектов См. (1), гл.8.6.3; (2) гл. 17.7.

Высокоэффективная жидкостная хроматография. Ионная хроматография. Основы метода. Детекторы в методе ионной хроматографии. Определяемые вещества, объекты анализа. Примеры определения биологических объектов. См. (1), гл.8.7; (2) гл. 17.7.

1. 1) Коэффициент распределения компонента А больше, чем компонента В. У какого компонента будут большие величины: а) удерживаемого объема, б) исправленного удерживаемого объема? Ответ поясните соответствующими формулами. Приведите примеры
- 2) Приведите примеры применения газовой хроматографии для анализа биологических объектов.
2. 1) Нарисуйте примерный вид внешней хроматограммы при фронтальном способе ее получения для смеси соединений А, В и С, если коэффициенты распределения увеличиваются от А к С.
- 2) Приведите примеры применения газовой хроматографии для анализа окружающей среды.
3. 1) В каком хроматографическом методе основной фактор, определяющий удерживание компонента, - растворение в неподвижной фазе?
- 2) Приведите примеры применения ВЭЖХ для анализа биологических объектов.
4. 1) Как зависит время (объем удерживания) от растворимости соединения в подвижной фазе?
- 2) Приведите примеры применения ВЭЖХ для анализа загрязнителей окружающей среды.
5. 1) Что такое мертвый объем колонки? Какие объемы он в себя включает? Для расчета, какого другого хроматографического параметра он используется? Приведите соответствующие формулы.
- 2) Приведите пример условий адсорбционной ВЭЖХ (сорбент, подвижная фаза) для анализа (разделения) загрязняющих атмосферу углеводородов.
6. 1) Назовите три способа детектирования в газовой хроматографии.
- 2) Приведите пример условий распределительной ВЭЖХ (сорбент, подвижная фаза) для анализа (разделения) загрязняющих окружающую среду веществ: пестицидов, ароматических углеводородов.
7. 1) Какие детекторы (и для каких целей) предпочтительнее в хроматографическом анализе - универсальные или селективные?
- 2) Приведите пример условий ионной (ионообменной) ВЭЖХ (сорбент, подвижная фаза) для анализа (разделения) загрязняющих окружающую среду фторированных углеводородов.
8. 1) Перечислите основные методы количественного хроматографического анализа. В каких случаях используют тот или иной метод?
- 2) Какой вид хроматографии основан на специфических взаимодействиях, характерных для некоторых биологических и биохимических процессов? Приведите пример таких взаимодействий.
9. 1) В каких случаях в хроматографическом анализе измеряют площадь пика, высоту пика?
- 2) Сравните размеры хроматографических колонок в газовой хроматографии и в ВЭЖХ.
10. 1) Какова роль подвижной фазы в газовой и жидкостной хроматографии?
- 2) Какие параметры хроматографического пика используют для количественного анализа?

Тема 7. Кислотно-основное равновесие. Титриметрия. Кислотно-основное титрование.

Полнота и скорость протекания реакции как основные предпосылки её аналитического использования. См. (1), гл. 4.2. Влияние растворителя на силу кислоты и основания. Нивелирующие и дифференцирующие растворители. См. (1), гл. 6.1.2-3.

Способы выражения концентраций в растворах в титриметрии. Эквивалент. Молярная масса эквивалента. Молярная концентрация. См. (1), гл. 2.1., (2), гл. 9.2.2. Первичные стандарты, требования к ним. Вторичные стандарты. Виды кривых титрования. Скачок титрования. Точка стехиометричности (эквивалентности) и конечная точка титрования. Влияние концентраций кислот или оснований, температуры, величины констант кислотности или основности на характер кривых титрования См. (2), гл. 9.2.1-4; (3) гл. 5.1-2.

Образцы решения расчетных задач см.: (3) гл. 5.1-2; (5), гл. X.

См. общие указания по решению расчетных задач на с. 4-5 данного пособия!

1. Охарактеризуйте понятия *точка стехиометричности (эквивалентности)* и *конечная точка титрования*. Когда эти понятия совпадают, а когда нет? Приведите примеры. Как можно обнаружить конечную точку титрования в кислотно-основном титровании?

Задача: Найдите массу уксусной кислоты, если на ее титрование пошло 28,00 мл стандартного раствора гидроксида натрия, титр которого 0,04050 г/мл?

2. Дайте определение *эквивалента, фактора эквивалентности, молярной массы эквивалента* в кислотно-основном титровании. Приведите примеры.

Задача: На титрование 20,00 мл раствора фосфорной кислоты с фенолфталеином (или с тимолфталеином) пошло 10,03 мл 0,1000 М стандартного раствора гидроксида натрия. Сколько граммов кислоты было в растворе? См. (4), 234-235, или (6), с. 273 и 277.

3. Приведите примеры (с указанием фактора эквивалентности) *первичных и вторичных стандартных растворов*, используемых в кислотно-основном титровании.

Задача: Вычислите молярную концентрацию и титр раствора серной кислоты, если на титрование (индикатор – метиловый оранжевый) 50,00 мл раствора карбоната натрия, полученного растворением навески его 0,5001 г в мерной колбе на 200,0 мл, идет 24,00 мл раствора серной кислоты. См. (4), 233-234.

4. Приведите примеры применения в титриметрическом анализе: а) *быстрых*, б) *медленных* химических реакций.

Задача: Вычислите молярную концентрацию и титр раствора хлороводородной (соляной) кислоты, если на титрование 0,4217 г буры (тетраборат натрия) израсходовано 17,50 мл этой кислоты. См. (4), с. 237, или (6), с. 294-295.

5. Для чего нужно иметь данные о скорости аналитических реакций?

Задача: Вычислите примерные значения (2 значащие цифры) титра и молярности раствора соляной кислоты, если на титрование 20 мл раствора гидроксида натрия, полученного растворением навески 0,50 г химически чистого гидроксида натрия в мерной колбе на 200 мл, идет в среднем 15,1 мл раствора соляной кислоты.

6. Какие факторы можно варьировать, чтобы увеличить или замедлить скорость аналитической реакции?

Задача: На титрование 0,7590 г технической буры идет 19,50 мл 0,2000 М раствора соляной кислоты. Вычислите процентное содержание химически чистой буры в образце. См. (4), с. 237.

7. Какие факторы, и каким образом влияют на величину скачка титрования и положение точки эквивалентности на кривых титрования сильных кислот сильными основаниями?

Задача: На титрование раствора, полученного растворением навески 0,1370 г химически чистой щавелевой кислоты, израсходовано 22,10 мл 0,09840 М стандартного раствора гидроксида натрия. Сколько молекул кристаллизационной воды содержала кислота?

8. Как влияют на скачок титрования: а) величина константы диссоциации титруемого вещества; б) концентрация растворов; в) температура?

Задача: Какую навеску химически чистого карбоната натрия (предварительно прокаленного при 260°C для удаления воды) необходимо взять для приготовления 500 мл раствора 0,1М ($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$)? Рассчитайте титр этого раствора?

9. В воде хлороводородная кислота является сильной, а в ледяной уксусной кислоте – слабой. Как называется этот эффект? Приведите его объяснение.

Задача: Вычислите примерные значения (2 значащие цифры) титра и молярности раствора соляной кислоты, если на титрование 10 мл раствора гидроксида натрия, полученного растворением его навески 0,25 г в мерной колбе на 100 мл, идет в среднем 12,2 мл раствора соляной кислоты.

10. Приведите примеры *нивелирующего* и *дифференцирующего* эффектов растворителей.

Задача: Технический карбонат натрия содержит 90 % чистого карбоната натрия и инертные примеси. Какую навеску технического карбоната натрия следует взять, чтобы на титрование ее с индикатором фенолфталеином пошло примерно 25 мл раствора соляной кислоты. $T_{(\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3)} = 0,01025$ г/мл ? См. (4), 233-234.

Тема 8. Равновесие с участием реакций окисления-восстановления.

Окислительно-восстановительное титрование. Основные неорганические и органические окислители и восстановители, применяемые в анализе. Способы выражения концентраций в растворах в титриметрии. Эквивалент. Молярная масса эквивалента. Молярная концентрация. Первичные стандарты, требования к ним. Вторичные стандарты. Точка стехиометричности (эквивалентности) и конечная точка титрования. См. (1), гл. 2.1.; (2), гл. 9.2.2., гл. 9.2.6; (6), гл. I X.

Осадительное титрование. Построение кривых титрования. Влияние растворимости соединений, концентраций определяемых ионов, температуры на характер кривых титрования. Индикаторы. См. (2), гл. 9.2.7

Образцы решения расчетных задач см.: (3) гл. 5.1-2; (5), гл. X; (6), §101 (химизм реакций)

1. Назовите причину неустойчивости раствора перманганата калия и напишите уравнение соответствующей реакции. Какие приемы используют для приготовления и хранения *стандартного* раствора перманганата калия?

Задача: Какой объем раствора пероксида водорода, приготовленного разбавлением 20,00 мл 3,01%-ного раствора (плотность принять за 1,0 г/мл) до 250 мл, нужно взять, чтобы на титрование (после обработки KI и HCl) пошло 25,00 мл 0,0450 М тиосульфата натрия?

2. Назовите первичные стандартные вещества в иодометрии, укажите их факторы эквивалентности и напишите соответствующие реакции (полуреакции) в ионном

виде.

Задача: После обработки навески руды, содержащей 65,50 % Fe_2O_3 получен раствор Fe^{2+} , на титрование которого затрачено 14,00 мл 0,1000 М ($1/5 \text{KMnO}_4$) раствора перманганата калия. Рассчитайте массу навески руды.

3. Приготовление и хранение *стандартного* раствора перманганата калия. Какой это раствор *первичный* или *вторичный стандартный*? Назовите вещества, которые используются для стандартизации раствора KMnO_4 ? Напишите для реакции стандартизации раствора KMnO_4 с использованием оксалата натрия две полуреакции в ионном виде.

Задача: К 25,00 мл раствора H_2S прибавили 50,00 мл 0,01960 М ($1/2 \text{I}_2$) раствора иода. Избыток иода оттитровали 11,00 мл 0,02040 М тиосульфата. Вычислить концентрацию в г/л H_2S в растворе.

4. Из какого реактива готовят стандартный раствор тиосульфата натрия? Какой это будет первичный или вторичный стандартный раствор? Напишите в ионном виде реакции, используемые для стандартизации раствора тиосульфата натрия. См. (6), с. 396.

Задача: Навеску 2,00 г образца $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, содержащего инертные примеси, растворили в 300,0 мл воды. На титрование 25,00 мл этого раствора затратили 24,50 мл 0,1064 М ($1/5 \text{KMnO}_4$) раствора перманганата калия. Определите массовую долю $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в образце.

5. Назовите окислители и восстановители, применяемые для предварительного окисления и соответственно восстановления титруемых веществ.

Задача: К 2,50 мл раствора KClO_3 прибавили 20,00 мл 0,1500 М раствора FeSO_4 . На титрование избытка FeSO_4 пошло 5,00 мл 0,1089 М ($1/5 \text{KMnO}_4$) раствора перманганата калия. Рассчитайте массовую долю (%) KClO_3 (мол.масса 122,55 г/моль) в растворе (плотность 1,02 г/см³).

6. Назовите причины неустойчивости раствора тиосульфата натрия. Какие приемы используют для стабилизации раствора тиосульфата натрия?

Задача: На титрование раствора марганца (II) в слабощелочной среде затрачено 15,10 мл 0,1240 М ($1/3 \text{KMnO}_4$) раствора перманганата калия. Рассчитайте содержание (мг) марганца (II) в анализируемом растворе.

7. Какие стандартные и вспомогательные растворы применяются в иодометрии?

Задача: Для определения содержания кальция в сыворотке крови его осаждают в виде CaC_2O_4 , добавляя к 0,50 мл сыворотки оксалат аммония. Осадок отфильтровывают, промывают и растворяют в серной кислоте. Полученный раствор титруют 0,0010 М ($1/5 \text{KMnO}_4$) раствором перманганата калия до появления розового окрашивания. Вычислите содержание кальция в мг на 100 мл сыворотки, если на титрование израсходовали 0,25 мл раствора KMnO_4 .

8. Как фиксируют конечную точку титрования: а) в броматометрии, б) в дихроматометрии?

Задача: Навеску 5,2021 г нитрита натрия растворили в мерной колбе емкостью 250 мл. На титрование 25,00 мл раствора перманганата калия с $T=0,01522$ г/мл пошло 20,00 мл раствора нитрита натрия. Найти массовую долю нитрита натрия в образце.

9. Охарактеризуйте влияние растворимости соединений, концентраций определяемых ионов, температуры на характер кривых титрования в методе осадитель-

ного титрования.

Задача: На титрование химически чистого оксалата натрия массой 0,1180 г в кислой среде израсходовано 19,55 мл раствора KMnO_4 . Рассчитайте молярную концентрацию этого раствора KMnO_4 .

10. Какие индикаторы применяют в методе осадительного титрования?

Задача: 0,0980 г Химически чистого $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ обработали подкисленным раствором иодида калия. На титрование выделившегося иода пошло 25,50 мл раствора тиосульфата натрия. Рассчитайте молярную концентрацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Тема 9: Равновесие с участием реакций комплексообразования.

Влияние комплексообразования на растворимость соединений, потенциал окислительно-восстановительных систем. Возможности использования комплексных соединений органических реагентов в различных методах анализа. Важнейшие органические реагенты, применяемые в анализе для разделения и маскирования, обнаружения и определения ионов металлов. См. См. (1), гл. 6.2.6-2.7, 3.3., 4.3.; (3) гл. 3.2.1.

Комплексометрия. Комплексонометрическое титрование. Неорганические и органические реагенты в комплексометрии. Использование аминокислот в комплексометрии. Этилендиаминтетрауксусная кислота и её динатриевая соль (ЭДТА) как реагенты в комплексометрии. Способы комплексонометрического титрования: прямое, обратное, вытеснительное, косвенное. Примеры практического применения комплексонометрического титрования. Определение кальция, магния, железа, алюминия в растворах чистых солей и при совместном присутствии. См. (2) гл. 9.2.5; (3) гл. 5.3, (4).

При решении задач из этого раздела учтите: 1) $f_{\text{экв}}$ ЭДТА и реагирующих с ЭДТА ионов металлов сейчас принято принимать =1 во всех случаях; 2) $M(\text{ЭДТА})=372,2$.

1. Охарактеризуйте возможности использования *комплексных соединений органических реагентов* в различных методах анализа. Приведите примеры.

Задача: Определите титр и молярную концентрацию раствора ЭДТА, если на титрование 50,0 мл его раствора израсходовано в среднем 25,0 мл раствора сульфата цинка, содержащего 0,55г в 250мл.

2. Какие неорганические лиганды используют в *комплексометрии*? Назовите методы, основанные на образовании комплексов с этими лигандами. В чем преимущества полидентатных органических лигандов? Перечислите соответствующие органические реагенты, используемые в качестве комплексонов.

Задача: Определите молярную концентрацию раствора ЭДТА, если титр его по магнию равен 0,00048г/мл.

3. Что такое *ЭДТА*? Какими характерными свойствами обладают комплексные соединения катионов металлов с ЭДТА и другими комплексонами?

Задача: Сколько граммов сульфата натрия содержится в пробе, если после прибавления 20,00 мл 0,06315М раствора хлорида бария избыток его оттитровали 15,64мл 0,04640 М раствором ЭДТА?

4. Приведите примеры использования реакций *комплексообразования для маскирования* мешающих ионов при анализе ионов тяжелых металлов.

Задача: На титрование 20,00мл раствора, приготовленного из 1,525 г безводного химически чистого сульфата магния в мерной колбе на 500мл, расходуется

19,55 мл раствора ЭДТА ($M=372,2$). Определите молярную концентрацию и титр раствора ЭДТА.

5. Приведите примеры реакций *комплексобразования* с использованием *органических реагентов*, применяемых для определения ионов металлов, указывая название метода определения.

Задача: Вычислите титр и молярную концентрацию раствора ЭДТА, если на титрование 20,00 мл раствора, полученного растворением 0,05 г сульфата магния в 250 мл воды, израсходовано 25,00 мл раствора ЭДТА.

6. Охарактеризуйте связь *растворимости комплексных соединений* с их химическим строением. Приведите пример применения комплексобразования для количественного осаждения. Как связана растворимость хлорида серебра с комплексобразованием?

Задача: Определите содержание (в ммоль/л) ионов кальция и магния в водопроводной воде, если на титрование 100,0 мл пробы воды израсходовано 25,00 мл 0,02000 М раствора ЭДТА с индикатором эриохром черный.

7. Охарактеризуйте влияние *комплексобразования* на потенциал окислительно-восстановительных систем. Приведите соответствующие формулы.

Задача: Навеску соли сульфата железа перенесли в колбу на 500 мл и приготовили раствор. К 25,00 мл полученного раствора добавили 25,00 мл 0,02000 М раствора ЭДТА; на титрование избытка последнего израсходовано 12,15 мл 0,02000 М раствора сульфата цинка. Определите массу сульфата железа в 500 мл раствора

8. В каких случаях используют *вытеснительное* комплексометрическое титрование? Приведите примеры.

Задача: 50,00 мл раствора соли цинка оттитровали 25,00 мл 0,02430 М раствора ЭДТА. Определите концентрацию раствора соли цинка.

9. В каких случаях используют *косвенное* комплексометрическое титрование? Приведите примеры.

Задача: Определите жесткость воды, если к 50,00 мл воды добавлено 50,00 мл 0,05000 М раствора ЭДТА, избыток последнего оттитрован 20,50 мл 0,05000 М раствором сульфата магния.

10. В каких случаях используют *обратное* комплексометрическое титрование? Приведите примеры.

Задача: Сколько мг ртути содержится в 50,00 мл раствора, если после прибавления 25,00 мл 0,01000 М раствора ЭДТА избыток его оттитрован 10,50 мл 0,01000 М раствора сульфата магния?

Тема 10. Оптические методы анализа. Эмиссия и абсорбция электромагнитного излучения веществом и классификация оптических методов анализа. Величины, характеризующие излучение. Спектры атомов. Основные и возбужденные электронные состояния атомов. Энергетические переходы. Законы испускания и поглощения электромагнитного излучения веществом. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина. Спектры молекул. Представление полной энергии молекул, как суммы электронной, колебательной и вращательной. Особенности молекулярных спектров. Применение атомарных и молекулярных спектров в аналитической химии. Законы поглощения электромагнитного излучения и способы их выражения. Аналитическое применение закона Бугера – Ламберта – Бера. См. (2), гл.11.1; 11.6; (3), гл.9.1.

Атомно-эмиссионный анализ. Количественная зависимость между интенсивностью спектральных линий и концентрацией элемента в пробе. Метод эмиссионной спектрометрии пламени. Примеры применения для определения металлов в различных объектах (объектах окружающей среды, биологических, медицинских).

Атомно-абсорбционный анализ. Основы метода. Зависимость между величиной сигнала и концентрацией элемента в пробе. Сравнительная характеристика атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного анализа (точность, селективность, экспрессность). Примеры применения для определения металлов в различных объектах (объектах окружающей среды, биологических, медицинских). См. (2), гл.11. 3-3.3; гл. 17.6-7.; (3), гл.9.2.

1. 1) Объясните происхождение спектров испускания атомов и молекул. Используйте представления об *основных и возбужденных электронных состояниях и энергетических переходах*.

2) Какой интервал длин волн является оптической областью?

2. 1) Объясните происхождение спектров поглощения атомов и молекул. Используйте представления об *основных и возбужденных электронных состояниях и энергетических переходах*.

2) Какие процессы в молекуле вызываются поглощением ультрафиолетового излучения?

3. 1) Какими *характеристиками* (величинами) характеризуются *линии и полосы*, наблюдаемые в спектрах поглощения и испускания?

2) Какие процессы в молекуле вызываются поглощением инфракрасного излучения?

4. 1) Какое излучение (какой области) используют в: а) *атомной* спектроскопии; б) в *молекулярной* спектроскопии?

2) Приведите формулы для величин пропускания T и оптической плотности A .

5. 1) Для каких систем характерно появление: а) линейчатых; б) полосатых спектров?

2) Какие процессы в молекуле вызываются поглощением видимого излучения?

6. 1) Изобразите схематически расположение энергетических уровней, соответствующих σ -, π -, n - молекулярным орбиталям, и укажите возможные типы электронных переходов между ними.

2) Приведите формулу основного закона светопоглощения (закона Бугера – Ламберта – Бера). Каков физический смысл входящих в формулу параметров?

7. 1) На чем основан метод *атомно-абсорбционного анализа*?

2) Приведите формулу, выражающую количественную зависимость между интенсивностью спектральных линий и концентрацией элемента в пробе в методе *атомно-эмиссионного анализа*.

8. 1) На чем основан метод *атомно-эмиссионного анализа*?
- 2) Приведите формулу, выражающую количественную зависимость между интенсивностью спектральных линий и концентрацией элемента в пробе в методе *атомно-абсорбционного анализа*.
9. 1) Дайте *сравнительную характеристику* атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного анализа (точность, селективность, экспрессность).
- 2) Приведите примеры применения *атомно-эмиссионного анализа* для анализа природных и сточных вод.
10. 1) Охарактеризуйте принцип метода *эмиссионной спектроскопии пламени*.
- 2) Приведите примеры применения *атомно-абсорбционного анализа* для анализа природных и сточных вод.

Репозиторий ВГУ