

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»
Институт естествознания
Кафедра химии

УТВЕРЖДАЮ:
Директор института



Е. В. Скрипникова
«22» июня 2023 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА

по дисциплине Б1.О.23 Аналитическая химия

Направление подготовки/специальность: 44.03.05 - Педагогическое образование (с двумя профилями подготовки)

Профиль/направленность/специализация: Биология и химия

Уровень высшего образования: бакалавриат

Квалификация: Бакалавр

год набора: 2023

Тамбов, 2023

Авторы программы:

Кандидат химических наук, доцент Бердникова Галина Геннадьевна

Доктор химических наук, доцент Бернацкий Павел Николаевич

Рабочая программа составлена в соответствии с ФГОС ВО по направлению подготовки 44.03.05 - Педагогическое образование (с двумя профилями подготовки) (уровень бакалавриата) (приказ Министерства образования и науки РФ от «22» февраля 2018 г. № 125).

Рабочая программа принята на заседании Кафедры химии «15» июня 2023 г. Протокол № 8

Рассмотрена и одобрена на заседании Ученого совета Института естествознания, Протокол от «22» июня 2023 г. № 10.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Цели и задачи дисциплины.....	4
2. Место дисциплины в структуре ОП Бакалавриата.....	5
3. Объем и содержание дисциплины.....	5
4. Контроль знаний обучающихся и типовые оценочные средства.....	44
5. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины (модуля).....	72
6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины.....	73
7. Материально-техническое обеспечение дисциплины, программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы.....	75

[illegible]

11	Гравиметрический анализ.	8	12	6	3	лабораторная работа
12	Титриметрический анализ на базе кислотно-основных взаимодействий.	10	12	6	3	лабораторная работа; коллоквиум
13	Окислительно-восстановительное титрование	10	8	4	3	лабораторная работа
14	Комплексометрическое и осадительное титрование.	10	8	2	3	лабораторная работа
15	Кинетические методы анализа.	10	-	4	2	Тестирование; коллоквиум
16	Электрохимические методы анализа	6	12	4	2	лабораторная работа
17	Спектральные методы анализа	6	12	4	2	лабораторная работа
18	ЭВМ в аналитической химии	4	-	2	2	доклад; Контрольная работа

Тема 1. Методологические аспекты и структура аналитической химии (ОПК-8)

Лекция.

Методологические аспекты и структура аналитической химии. Предмет аналитической химии. Методологические аспекты и структура аналитической химии. Виды анализа: качественный и количественный, изотопный, элементный, функциональный, структурный, молекулярный фазовый. Химические, физико-химические, физические методы анализа. Чувствительность химических реакций.

Практическое занятие.

Проводится в форме семинара

Лабораторные работы.

Не предусмотрено

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка материала лекций, рекомендуемой литературы по теме.
2. Подготовка к тестированию.
3. Рассмотреть тему быстрые и медленные реакции в химическом анализе

Тема 2. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки (ОПК-8)

Лекция.

Проводится в интерактивной форме. Преподаватель предлагает студентам самостоятельно отбирать пробы для последующего анализа на различных производствах. Студент должен обеспечить представительность пробы. Студент должен понимать значение пробы в качестве объекта анализа, уметь обосновать выбор метода анализа. Отбор проб гомогенного и гетерогенного состава.

Практическое занятие.

Решение задач

Лабораторные работы.

Лабораторное занятие. Первая аналитическая группа катионов. (Na^+ , K^+ , NH_4^+).

Цель: изучение свойств катионов 1 аналитической группы

- а) химический анализ раствора

- б) оформление отчета по экспериментальным данным
- в) аргументированная защита выводов о проделанной работе

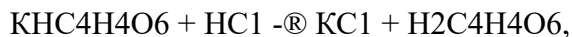
Первая аналитическая группа катионов (Na^+ , K^+ , NH_4^+)

Реактивы: соляная кислота.

Реакции ионов K^+

1. Гидротартрат натрия образует с ионами калия при $\text{pH} = 4 - 5$ белый кристаллический осадок $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$: $\text{K}^+ + \text{HC}_4\text{H}_4\text{O}_6^- \rightarrow \text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$:

Осадок гидротартрата калия склонен образовывать пересыщенные растворы. Осадок растворяется в горячей воде, щелочах и кислотах, более сильных, чем винная:



Предел обнаружения ионов калия - 1,2 мг/мл. Мешает ион аммония, образующий аналогичный осадок. Ионы тяжелых металлов, как правило, образуют при избытке тартрат - ионов растворимые комплексные соединения.

Выполнение реакции. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы калия, прибавляют 2-3 капли раствора $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ для ускорения образования осадка потирают стеклянной палочкой по стенкам пробирки. Выпадает белый кристаллический осадок.

2. Гексанитрокобальтат (III) натрия образует с ионами калия при $\text{pH} = 4-5$ желтый осадок $\text{K}_n\text{Na}_m[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, где $n + m = 3$ (основным соединением является $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$):



Осадок нерастворим в уксусной кислоте, но растворяется при нагревании в сильных кислотах с образованием азотистой кислоты, которая легко разлагается и одновременно восстанавливает Co(III) до Co(II) :

Соединение разлагается щелочами с образованием темно-бурого осадка $\text{Co}(\text{OH})_3$:



Предел обнаружения ионов калия - 20 мкг/мл. Мешают ионы аммония и лития, так как они образуют аналогичные желтые осадки, иодиды из-за их окисления нитритом до I_2 , окислители, так как они разрушают реагент.

Выполнение реакции. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы калия, добавляют 2-3 капли раствора гексанитрокобальтата (III) натрия и слегка нагревают на водяной бане. Образуется желтый осадок.

3. Гексанитрокупрат (II) свинца и натрия (микро-кристаллоскопическая реакция). При действии $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ на раствор соли калия образуются черные или коричневые кубические кристаллы $\text{K}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$:

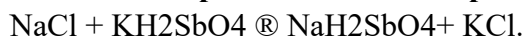


Выполнение реакции. На предметное стекло помещают 1 каплю раствора, содержащего ионы калия, и досуха выпаривают. После того, как соль остынет, обрабатывают ее реактивом $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ (1 капля). Рассматривают под микроскопом образовавшиеся кристаллы.

4. Окрашивание пламени. Платиновую или нихромовую проволоку тщательно очищают от следов натрия прокаливанием. Для этого смачивают ее в соляной кислоте и прокаливают в пламени горелки до полного исчезновения окраски пламени. Прикасаются раскаленной проволокой к кристаллам соли калия. Приставшие к проволоке крупинки соли вносят в пламя горелки. Бледно-фиолетовое окрашивание пламени горелки свойственно солям калия.

Реакции ионов Na^+

1. Дигидроантимонат калия KH_2SbO_4 образует с катионами Na^+ белый кристаллический осадок дигидроантимоната натрия NaH_2SbO_4



При открытии ионов Na^+ этим реактивом необходимо соблюдать условия:

- а. Разбавленные растворы соли натрия упаривают.

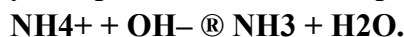
б. Среда должна быть нейтральной или слабощелочной. Кислоты разлагают дигидроантимонат калия с образованием белого аморфного осадка метасурьмяной кислоты HSbO_3 :

Выполнение реакции. К 5 - 6 каплям раствора соли натрия прибавляют такой же объем раствора дигидроанти-моната калия KH_2SbO_4 и потирают стенки пробирки стеклянной палочкой. Выпадает белый кристаллический осадок дигидроантимоната натрия.

3. Окрашивание пламени. Очищают платиновую или нихромовую проволоку, смачивают ее раствором соли натрия и вносят в бесцветное пламя горелки. Пламя окрашивается в желтый цвет. О присутствии ионов натрия можно судить лишь в том случае, если интенсивно-желтая окраска не исчезает 10-15 секунд.

Реакции ионов NH_4^+

1. Гидроксид калия (натрия). При действии щелочей на раствор соли аммония при нагревании выделяется аммиак, который можно обнаружить по изменению окраски влажной универсальной индикаторной или лакмусовой бумаги:



Предел обнаружения ионов аммония - 0,2 мкг/мл.

Выполнение реакции. В пробирку помещают 2-3 капли раствора соли аммония, 3-4 капли 2 М NaOH или KOH и слегка нагревают на водяной бане. Обращают внимание на запах выделяющегося газа. Обнаружить аммиак можно влажной универсальной индикаторной или лакмусовой бумагой.

2. Реактив Несслера в щелочной среде образует с ионами NH_4^+ красно-бурый осадок:



Предел обнаружения ионов аммония - 0,15 мг/мл. Если концентрация ионов NH_4^+ мала, осадок не выпадает, а раствор окрашивается в оранжевый цвет. Ионы, образующие малорастворимые окрашенные гидроксиды, предварительно осаждают избытком NaOH или KOH. Ионы Hg(II) , Sb(III) и Sn(II) реагируют с иодид - ионом и разрушают реактив.

Выполнение реакции. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего ионы аммония, добавляют 1-2 капли реактива Несслера. Образуется красно-бурый осадок.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка теоретического материала лекций и рекомендуемой литературы по теме.
2. Подготовка к тестированию по теме.

Тема 3. Ионное произведение воды. Водородный показатель. Шкала pH и pOH. Буферные растворы. Буферная емкость (ОПК-8)

Лекция.

Ионное произведение воды. Водородный показатель. Шкала pH и pOH. Буферные растворы. Буферная емкость

Практическое занятие.

Решение задач.

Типовые задания.

1. Рассчитать pH в 0,025 М растворе хлороводородной кислоты
2. Рассчитать pH 0,015 М раствора муравьиной кислоты. Как изменится pH, если к 20 мл этого раствора прибавить 25 мл 0,01 М раствора формиата натрия?

Лабораторные работы.

Лабораторное занятие. Вторая аналитическая группа катионов (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^{2+}).

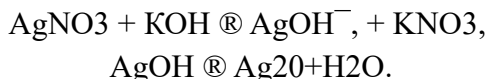
Цель: изучение свойств катионов 2 аналитической группы

- а) проведение частных реакций катионов 2 аналитической группы
- б) анализ смеси катионов 2 аналитической группы
- в) оформление и защита отчета.

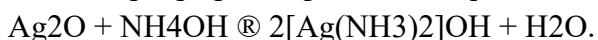
Вторая аналитическая группа катионов (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^{2+})

Реакции ионов Ag^+

1. Щелочи (NaOH, KOH) образуют с катионом Ag^+ осадок оксида серебра Ag_2O :

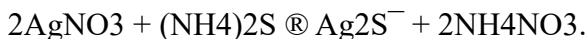


Оксид серебра растворяется в гидроксиде аммония:



Выполнение анализа. К 2 каплям раствора AgNO_3 добавляют 3 капли 2 N раствора KOH. Образуется бурый осадок оксида серебра. К Ag_2O приливают 5 капель 2 N раствора гидроксида аммония и наблюдают за растворением осадка.

2. Сульфид аммония $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. При действии сероводорода или сульфида аммония на раствор, содержащий ионы серебра, осаждается сульфид серебра Ag_2S черного цвета:



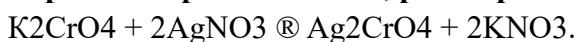
Сульфид серебра не растворяется в сульфидах щелочных металлов и в минеральных кислотах за исключением азотной кислоты:



Предел обнаружения ионов серебра - 1 мкг/мл. Мешают $\text{Cu}(\text{II})$, $\text{Hg}(\text{II})$, $\text{Bi}(\text{III})$, $\text{Sn}(\text{II, IV})$, образующие сульфиды в сильноокислых растворах.

Выполнение. К 2 каплям раствора, содержащего ионы серебра, добавляют 2 капли 30 %-ного раствора CH_3COOH и 2 капли сульфида аммония. Образуется черный осадок сульфида серебра.

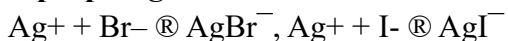
3. Хромат калия K_2CrO_4 дает с катионом Ag^+ осадок хромата серебра Ag_2CrO_4 кирпично-красного цвета, растворимый в азотной кислоте и в растворе гидроксида аммония.



В аммиачной и сильноокислой среде осадок не образуется, поэтому реакцию следует проводить при $\text{pH} = 6,5 - 7,5$.

Выполнение реакции. К 3 каплям раствора нитрата серебра добавляют 4 капли дистиллированной воды и 2 капли хромата калия. Образуется осадок хромата серебра кирпично-красного цвета.

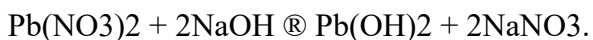
4. Бромид и иодид калия (KBr и KI) образуют с катионом Ag^+ бледно-желтый осадок бромида серебра AgBr и желтый осадок иодида серебра AgI :



Выполнение анализа. В 2 пробирки вносят по 2 капли раствора ионов серебра, в одну добавляют 2 капли раствора бромида калия, в другую - 2 капли раствора иодида калия. В первой пробирке образуется бледно-желтый творожистый осадок бромида серебра, во второй - желтый творожистый осадок иодида серебра.

Реакции ионов Pb^{2+}

1. Щелочи (NaOH, KOH) образуют с катионом Pb^{2+} белый осадок $\text{Pb}(\text{OH})_2$, растворимый как в кислотах, так и в щелочах:

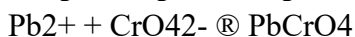


При действии избытка щелочи образуется плумбит натрия Na_2PbO_2 :

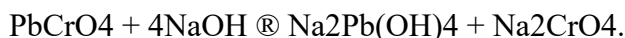


Ход анализа. К 3 каплям раствора нитрата свинца добавляют 1 каплю 2 N раствора NaOH, образуется белый осадок гидроксида свинца, затем в него вносят 4 капли 2N раствора NaOH.

3. Хромат калия K_2CrO_4 образует малорастворимый хромат свинца PbCrO_4 желтого цвета:



Хромат свинца практически не растворим в воде и уксусной кислоте, но растворяется в азотной кислоте и щелочах:



Выполнение. К 3 каплям раствора нитрата свинца добавляют 3 капли раствора хромата калия. Образуется осадок PbCrO_4 желтого цвета.

Реакции ионов Hg^{2+}

1. Щелочи (NaOH, KOH) образуют с катионом Hg^{2+} черный осадок оксида ртути Hg_2O :



Проведение анализа. К 2 каплям раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ добавляют 2 капли 2 N раствора NaOH . Образуется черный осадок Hg_2O .

2. Гидроксид аммония NH_4OH с катионом Hg^{2+} образует белый осадок оксиамидного соединения ртути (II) и черный осадок металлической ртути:



Выполнение.

1). К 3 каплям раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ добавляют 4 капли 2 N раствора гидроксида аммония. Образуется смесь $[\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{O}]\text{NO}_3$ и Hg , осадок чернеет.

2). К 4 каплям раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ добавляют 4 капли 2 N раствора HCl . Образуется осадок Hg_2Cl_2 . Отцентрифугировав осадок, его обрабатывают 4 каплями 2 N раствора NH_4OH . Образуется смесь HgNH_2Cl и Hg , осадок чернеет.

3. Хромат калия K_2CrO_4 образует с катионами Hg^{2+} красный осадок Hg_2CrO_4 , нерастворимый в щелочах и разбавленной азотной кислоте:

Выполнение реакции. К 3 каплям раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ добавляют 3 капли раствора хромата калия. Образуется красный осадок Hg_2CrO_4 .

4. Сульфид аммония $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. При добавлении сульфид - иона к раствору, содержащему ионы Hg^{2+} образуется черный осадок, состоящий из HgS и Hg : $\text{Hg}^{2+} + \text{S}^{2-} \rightarrow \text{Hg}^- + \text{HgS}^-$.

Предел обнаружения катионов Hg^{2+} - 5 мкг/мл.

Ход анализа. К 4 каплям раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ добавляют 3 капли раствора сульфида аммония. Образуется черный осадок.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка теоретического материала лекций и рекомендуемой литературы по теме.
2. Подготовка к тестированию по теме.

Тема 4. Кислотно-основное равновесие. Гидролиз солей. Вывод аналитических зависимостей. (ОПК-8)

Лекция.

Теория электролитической диссоциации. Электролитическая диссоциация слабых электролитов Аррениуса (1887г.). Теория сильных электролитов.

Гидролиз солей сильного основания и слабой кислоты. Гидролиз солей слабого основания и сильной кислоты. Гидролиз солей слабого основания и слабой кислоты. Ступенчатая диссоциация многоосновных кислот и многокислотных оснований. Расчет равновесий концентрации исходных веществ и продуктов электролитической диссоциации различных ступеней. Взаимодействие смесей солей с растворителем. Влияние ионной силы раствора на активность ионов водорода при взаимодействии солей с растворителем. Учет ионной силы раствора в процессе гидролиза соли, образованной слабой одноосновной кислотой и сильным основанием. Учет ионной силы раствора в процессе гидролиза соли слабой двухосновной кислоты и сильного однокислотного основания. Учет ионной силы раствора в процессах гидролиза соли слабого однокислотного основания и сильной одноосновной кислоты. Учет ионной силы раствора в процессах гидролиза соли слабой одноосновной кислоты и слабого однокислотного основания.

Неводные растворители. Система классификации растворителей Бренстеда-Лоури. Апротонные растворители. Амфипротные растворители. Протогенные растворители. Протофильные растворители. Нивелирующие и дифференцирующие растворители. Классификация растворителей Паркера. Апротонные диполярные растворители. Диполярные протонные растворители..

Практическое занятие.

Решение задач

Лабораторные работы.

1. Третья аналитическая группа катионов (Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}).

Цель: изучение свойств катионов 3 аналитической группы

- а) проведение частных реакций катионов 3 аналитической группы
- б) анализ смеси катионов 3 аналитической группы

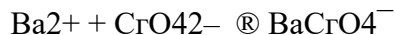
в) оформление и защита отчета

2. Систематический ход анализа смеси катионов третьей группы

Третья аналитическая группа катионов (Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+})

Реакции катиона Ba^{2+}

1. Хромат калия K_2CrO_4 образует с катионом Ba^{2+} светло - желтый осадок $BaCrO_4$, растворимый в минеральных кислотах и нерастворимый в уксусной кислоте:



Хромат калия как соль слабой кислоты в водном растворе подвергается гидролизу:



Увеличение концентрации OH^- - ионов сдвигает равновесие в сторону образования CrO_4^{2-}

Выполнение анализа. В пробирку вносят 3 капли раствора соли Ba^{2+} и добавляют по капле раствора хромата калия и CH_3COOH . Образуется светло - желтый осадок $BaCrO_4$.

2. Дихромат калия $K_2Cr_2O_7$ в ацетатном буферном растворе образует с ионами Ba^{2+} желтый кристаллический осадок:

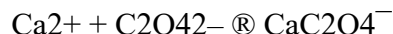


Выполнение реакции. К 2 каплям раствора, содержащего катионы Ba^{2+} , добавляют 4 капли раствора CH_3COONa и 2 капли раствора дихромата калия $K_2Cr_2O_7$. Пробирку нагревают на водяной бане. Образуется желтый осадок $BaCrO_4$.

3. Окрашивание пламени. Соли бария ($BaCl_2$, $Ba(NO_3)_2$) окрашивают пламя в желто - зеленый цвет

Реакции катиона Ca^{2+}

1. Оксалат аммония $(NH_4)_2C_2O_4$ образует с ионами Ca^{2+} белый кристаллический осадок оксалата кальция CaC_2O_4 :



Осадок нерастворим в уксусной кислоте, но растворим в сильных кислотах:



Предел обнаружения Ca^{2+} - 20 мкг/мл. Мешают $Ba(II)$ и $Sr(II)$, дающие с $(NH_4)_2C_2O_4$ аналогичные осадки. Отличительной особенностью BaC_2O_4 и SrC_2O_4 является их растворимость в уксусной кислоте:



Выполнение реакции. К 3 каплям раствора, содержащего ионы Ca^{2+} , добавляют 3 капли раствор. Выпадает белый кристаллический осадок.

2. Гексацианоферрат (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$ при $pH > 7$ в присутствии NH_4Cl взаимодействует с ионами Ca^{2+} с образованием белого кристаллического осадка состава $K_n(NH_4)_mCa[Fe(CN)_6]$, где n и m в зависимости от условий могут меняться от 0 до 2:



Осадок нерастворим в CH_3COOH .

Предел обнаружения Ca^{2+} - 50 мкг/мл. Мешают $Ba(II)$ и $Mg(II)$.

Ход анализа. К капле раствора соли Ca^{2+} добавляют 3 капли раствора $K_4[Fe(CN)_6]$, перемешивают, затем добавляют 2 капли раствора NH_4Cl , каплю этанола и снова перемешивают. Помутнение или появление кристаллического осадка указывает на присутствие катионов Ca^{2+} .

Реакции катиона Sr^{2+}

1. «Гипсовая вода» (насыщенный водный раствор $CaSO_4 \cdot 2H_2O$) образует с ионами стронция белый кристаллический осадок:

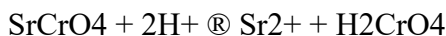


Поскольку концентрация SO_4^{2-} - ионов в насыщенном растворе сульфата кальция невелика, осадок образуется не сразу и в небольшом количестве (слабое помутнение раствора). Нагревание раствора ускоряет образование $SrSO_4$.

Мешают $Pb(II)$ и $Ba(II)$, которые сразу же на холоду образуют с гипсовой водой белый осадок сульфатов.

Ход анализа. К нескольким каплям раствора, содержащего ионы стронция, добавляют равный объем гипсовой воды и, потирая стеклянной палочкой по стенкам пробирки, нагревают на водяной бане 10 минут. Образуется муть.

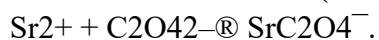
2. Хромат калия K_2CrO_4 образует с Sr^{2+} желтоватый осадок хромата стронция, растворимого в минеральных кислотах:



В уксусной кислоте $SrCrO_4$ также растворим, что позволяет обнаруживать ионы бария в виде $BaCrO_4$ в присутствии Sr^{2+} .

Выполнение реакции. К 3 каплям соли стронция прибавляют 4 капли раствора хромата калия. Образуется желтоватый осадок.

3. Оксалат аммония $(NH_4)_2C_2O_4$ осаждает катион Sr^{2+} в виде белого осадка:



Процедура анализа. К 3 каплям раствора соли стронция добавляют 4 капли раствора оксалата аммония. Образуется белый осадок.

4. Окрашивание пламени. Соли стронция окрашивают бесцветное пламя в карминово-красный цвет.

Лабораторная работа № 4.

Систематический ход анализа смеси катионов третьей группы

Ввиду того, что хромат калия K_2CrO_4 дает в уксуснокислой среде осадок только с катионом Ba^{2+} , то обычно катионы Ba отделяют от Sr^{2+} и Ca^{2+} , добавляя к испытуемому раствору уксусную кислоту и раствор хромата калия. При этом катионы Ba^{2+} переходят в осадок $BaCrO_4$, а Sr^{2+} и Ca^{2+} и избыток хромат - ионов остаются в растворе. Осадок отделяют центрифугированием и проверяют полноту отделения.

К части центрифугата добавляют «гипсовую воды» и нагревают на водяной бане ~7 минут. Если при стоянии выпадает осадок, то в растворе находятся катионы Sr^{2+} .

Центрифугат будет содержать катионов Ba + очень мало (0,0022 г/л), а поэтому «гипсовая вода» будет давать осадок только при наличии катионов Sr^{2+} .

Если в растворе есть катионы Sr^{2+} то к центрифугату, который не содержит «гипсовой воды», добавляют раствор карбоната натрия и отделяют осадок карбонатов стронция и кальция, промывают дистиллированной водой и растворяют в уксусной кислоте. К раствору добавляют сульфата аммония $(NH_4)_2SO_4$, при этом катионы Sr^{2+} образуют осадок сульфата стронция, а катионы Ca^{2+} (в значительной мере) остаются в растворе.

Обнаружение и отделение катионов Ba^{2+} . В коническую пробирку берут 3 капли испытуемого раствора, прибавляют 4 капли уксусной кислоты и 3 капли раствора хромата калия. Если осадок образуется, то это указывает на присутствие катионов Ba^{2+} .

Для удаления катионов Ba^{2+} берут в коническую пробирку 6 капель анализируемого раствора, 6 капель раствора уксусной кислоты и 6 капель раствора хромата калия, перемешивают стеклянной палочкой, дают стоять 3 минуты и отделяют осадок центрифугированием.

Обнаружение катионов Sr^{2+} . Центрифугат после проверки на полноту осаждения катионов Ba^{2+} в количестве 3 капель помещают в пробирку, добавляют 3 капли гипсовой воды, нагревают на водяной бане и дают стоять 20 минут. Образование осадка говорит о присутствии в испытуемом растворе катионов Sr^{2+} .

Обнаружение катионов Ca^{2+} . 5 капель центрифугата (после отделения катионов Sr^{2+}) вносят в коническую пробирку, добавляют равный объем раствора карбоната натрия, перемешивают стеклянной палочкой.

Образовавшийся осадок отделяют центрифугированием, промывают дистиллированной водой, растворяют в уксусной кислоте и добавляют раствор сульфата аммония $(NH_4)_2SO_4$. При этом катион Sr^{2+} осаждается в виде $SrSO_4$, а Ca^{2+} остается в основном растворе. Осадок отделяют, а центрифугат делят на две части.

К первой половине центрифугата добавляют раствор оксалата аммония, ко второй половине - ацетон или спирт. Появление осадка указывает на наличие катионов Ca^{2+} .

Ход анализа катионов первой, второй и третьей групп

Исследуемый раствор, содержащий смесь катионов трех групп, может быть с осадком и без осадка. Осадок может содержать AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 , или BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , или все вместе.

Поэтому различают два случая: раствор без осадка и раствор с осадком.

Раствор не имеет осадка. Из отдельной пробы открывают катион NH_4^+ нагреванием с раствором гидроксида натрия.

В коническую пробирку берут 1,5 мл исследуемого раствора, добавляют 4 капли концентрированной соляной кислоты, перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют. Осадок промывают водой (20 капель), подкисленной 2 N раствором соляной кислоты (для понижения растворимости хлорида свинца).

Далее анализируют осадок (I) AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 .

Центрифугат (I) содержит катионы первой и третьей групп и некоторое количество катионов Pb^{2+} . К центрифугату (I) приливают 15 капель раствора сульфата аммония, нагревают 6 минут на кипящей водяной бане, дают отстояться 10 минут и центрифугируют. Осадок обрабатывают раствором ацетата аммония при нагревании до полного удаления сульфата свинца. После этого осадок сульфатов BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 промывают дистиллированной водой и переводят в карбонаты.

Осадок (II), содержащий BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , переносят в фарфоровую чашку, добавляют 4 мл раствора карбоната калия и кипятят 5 минут. После охлаждения в фарфоровую чашку добавляют 2 мл воды, перемешивают, дают отстояться и прозрачный слой жидкости сливают. Затем снова добавляют 3 мл карбоната калия, опять нагревают 5 минут и центрифугируют. Осадок промывают теплой водой до полного удаления сульфат-ионов. Осадок растворяют в пробирке в 12 каплях уксусной кислоты и промывают его 8 каплями дистиллированной воды. Открывают катионы Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} .

Центрифугат (II) может содержать катионы Ca^{2+} , K^+ , Na^+ , NH_4^+ . Обнаружение их проводят частными реакциями.

Раствор имеет осадок. Из отдельной пробы открывают катион NH_4^+ нагреванием со щелочью.

Раствор с осадком взбалтывают, осаждают катионы второй группы и следуют осадок.

В коническую пробирку берут 1,5 мл анализируемого раствора (вместе с осадком) и, помешивая, прибавляют 4 капли соляной кислоты. Осадок отделяют центрифугированием и промывают водой, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты.

Осадок (I) может содержать соли AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 , BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4 , а центрифугат (I) - катионы Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Pb^{2+} . Его анализируют, как указано при анализе смеси катионов первой, второй, третьей групп катионов без осадка.

Осадок (I) промывают в пробирке горячей водой (нагретой до кипения) 3 раза, Центрифугат собирают и определяют катион Pb^{2+} частными реакциями.

Определение ионов серебра и ртути(I). К осадку (II) прибавляют 12 капель раствора гидроксида аммония и размешивают. При этом хлорид серебра растворяется, переходя в комплексную соль, а хлорид ртути Hg_2Cl_2 дает осадок черного цвета. Быстрое почернение смеси от действия гидроксида аммония указывает на наличие ртути.

Осадок (III) отделяют центрифугированием. В центрифугате (II), содержащем соль $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$, открывают катион Ag^+ .

Определение катиона Pb^{2+} и проверочные реакции на ионы ртути(I). Осадок (III) может содержать соли PbSO_4 , $[\text{HgNH}_2]\text{Cl} + \text{Hg}$, CaSO_4 , BaSO_4 , SrSO_4 .

Если обнаружены ионы Ag^+ , то их необходимо полностью удалить. Для этого осадок обрабатывают аммиаком до тех пор, пока центрифугат не даст отрицательной реакции на катионы Ag^+ .

Осадок промывают водой, добавляют 15 капель 30 % - ного раствора ацетата аммония, перемешивают и нагревают на водяной бане 4 минуты. При этом PbSO_4 и $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ растворяются.

Осадок отделяют центрифугированием. В отдельной порции центрифугата (II) открывают катиона Pb^{2+} при помощи хромата калия или иодида калия и ионы Hg_2^{2+} восстановлением до свободной ртути.

Если присутствуют катионы Pb^{2+} , то обработку при помощи ацетата аммония повторяют до полного удаления PbSO_4 . Осадок промывают водой и исследуют, как указано при описании систематического хода анализа смеси катионов первых трех групп без осадка.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка материала лекций, рекомендуемой литературы по теме.
2. Подготовка к тестированию.
3. Способы получения средней пробы твердых, жидких и газообразных веществ

Тема 5. Комплексообразование в аналитической химии. (ОПК-8)**Лекция.**

Свойства аналитически важных комплексных соединений: устойчивость, растворимость, окраска. Классификация комплексных соединений по характеру взаимодействия металл-лиганд. Внутри- и внешнесферные комплексы, гомо- и гетеролигандные, моно- и полидентатные. Многоядерные комплексы. Хелаты, внутрикомплексные соединения. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости (ступенчатые и общие). Факторы, влияющие на комплексообразование: строение центрального атома и лиганда. Концентрация компонентов раствора, pH, ионной силы раствора.

Практическое занятие.

1. Коллоквиум №1 (тема 1-5)
2. Решение задач. Примеры.
 1. Будет ли выпадать осадок оксалата цинка при добавлении к 0,001 М раствору $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ 0,1 моль/л оксалата натрия, если равновесная концентрация аммиака в растворе составляет 0,1 моль/л?
 2. Рассчитайте равновесные концентрации ионов железа (III) и фторидионов в водном растворе, содержащем комплекс $K_3[FeF_6]$ с концентрацией 0,1 моль/л. Полная константа нестойкости комплексного аниона $[FeF_6]^{3-}$ равна 10^{-16}

Лабораторные работы.**Четвертая аналитическая группа катионов (Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+}).**

Цель: изучение свойств катионов 4 аналитической группы

- а) проведение частных реакций катионов 4 аналитической группы
- б) анализ смеси катионов 4 аналитической группы
- в) оформление и защита отчета

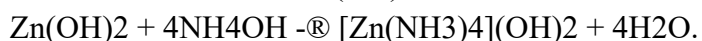
Групповым реагентом на катионы четвертой группы является щелочь (в избытке), образующиеся гидроксиды амфотерны:



Реактивы:: соляная кислота.

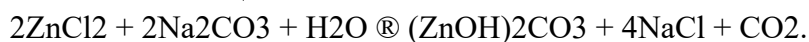
Реакции катиона Zn^{2+}

1. Гидроксид аммония дает с катионом Zn^{2+} белый осадок гидроксида цинка $Zn(OH)_2$, растворимый в избытке реагента с образованием аммиаката цинка $[Zn(NH_3)_4](OH)_2$:



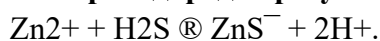
Ход анализа. К 3 каплям раствора соли цинка добавя ляют по каплям раствор гидроксида аммония. Образуе те белый осадок, растворяющийся в избытке реагента.

2. Карбонаты щелочных металлов и аммония с катионами Zn^{2+} образуют белый осадок основной соли цинка:



Выполнение реакции. К 4 каплям раствора соли цинка добавляют по 5 капель раствора карбоната натрия. Образуе тся белый осадок.

3. Сероводород образует с катионом Zn^{2+} белый осадок сульфида цинка ZnS :



Осадок сульфида цинка нерастворим в избытке осадителя и в щелочах, но растворим в сильных кислотах.

Процедура анализа. К 4 каплям раствора хлорида цинка добавляют 3 капли раствора CH_3COONa (для предотвращения растворения осадка ZnS в образовавшейся соляной кислоте) и 7 капель сероводородной воды.

Реакции катиона Al^{3+}

1. Гидроксид аммония осаждает катион Al^{3+}



Гидроксид алюминия не растворяется в растворах солей аммония.

Если алюминий находится в растворе в виде алюмината, то для осаждения его гидроксидом аммония необходимо разрушить алюминат, действуя минеральной кислотой:

Ход анализа. К 3 каплям раствора соли алюминия добавляют осторожно по каплям раствор гидроксида аммония и наблюдают за выпадением белого осадка гидроксида алюминия.

2. Реакция на катион Al^{3+} сухим путем. Очень разбавленный раствор нитрата кобальта дает с катионом Al^{3+} алюминат кобальта $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$, имеющий синий цвет, называемый тенаровой синью:



Выполнение. На полоску фильтровальной бумаги наносят исследуемый раствор и раствор нитрата кобальта, подсушивают ее, а затем сжигают. При наличии иона Al^{3+} пепел, который получается при сжигании, имеет темно-синюю окраску.

Реакции катиона Cr^{3+}

1. Гидроксид аммония образует с катионом Cr^{3+} осадок гидроксида хрома серо-зеленого (или серо-фиолетового) цвета:

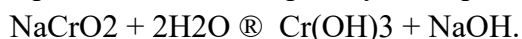


Выполнение анализа. К 3 каплям раствора соли алюминия добавляют по каплям раствор гидроксида аммония и наблюдают за выпадением осадка.

2. Щелочи образуют с катионом Cr^{3+} осадок гидроксида хрома $\text{Cr}(\text{OH})_3$. При избытке щелочи гидроксид хрома растворяется с образованием хромита NaCrO_2 , имеющего ярко-зеленую окраску:



Хромит NaCrO_2 гидролизует при нагревании с образованием гидроксида хрома:



Процедура анализа. К 4 каплям раствора хлорида хрома добавляют 12 капель 2 N раствора NaOH и нагревают. Образовавшийся вначале осадок гидроксида хрома при дальнейшем добавлении щелочи растворяется, а при нагревании снова выпадает в виде серо-зеленой массы.

Реакции катиона Sn^{2+}

1. Сероводород в сильноокислой среде (2 M HCl) образует с ионами Sn^{2+} осадок шоколадного цвета: $\text{Sn}^{2+} + \text{H}_2\text{S} \rightarrow \text{SnS} + 2\text{H}^+$.

Предел обнаружения катиона Sn^{2+} - 1,5 мкг/мл.

Сульфид олова SnS растворим в концентрированной соляной кислоте с образованием хлоридных комплексов; нерастворим в растворах сульфидов щелочных металлов и аммония. Это объясняется тем, что SnS обладает основными свойствами. Однако он легко растворяется в полусульфиде аммония, который сначала окисляет SnS до SnS_2 , а последний растворяется с образованием тиосолей:

Выполнение реакции. К 3 каплям раствора, содержащего ионы Sn^{2+} , прибавляют 3 капли 2 M раствора HCl и сероводородной воды. Образуется осадок шоколадного цвета. Осадок отделяют центрифугированием и к нему добавляют несколько капель раствора $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ осадок растворяется. К полученному раствору добавляют 2 M HCl до кислой среды, выпадает золотисто-желтый осадок SnS_2 .

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка материала лекций, рекомендуемой литературы.
2. Подготовка к тестированию.
3. Важнейшие реагенты, применяемые в анализе для разделения, обнаружения, определения ионов металлов, маскировки.

Тема 6. Окислительно-восстановительные реакции в аналитической химии (ОПК-8)

Лекция.

Константа равновесия ОВР. Окислительно-восстановительный потенциал. Уравнение Нернста. Связь константы равновесия с окислительно-восстановительным потенциалом.

Практическое занятие.

Решение задач и упражнений

Типовые задания

1. Составить уравнение реакции между перманганат-ионом и пероксидом водорода в кислой среде электронно-ионным методом и записать уравнения Нернста для окислительно-восстановительных систем.
2. Можно ли в кислой среде действием дихромата калия окислить: а) Fe^{2+} до Fe^{3+} ; б) Mn^{2+} до MnO_4^- ?

Лабораторные работы.

Пятая аналитическая группа катионов (Ti^{4+} , Zr^{4+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Bi^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+}).

Цель: изучение свойств катионов 5 аналитической группы

- а) проведение частных реакций катионов 5 аналитической группы
- б) анализ смеси катионов 5 аналитической группы
- в) оформление и защита отчета

Катионы этой группы со щелочами образуют гидро-кисиды, нерастворимые в воде и в щелочах, но действием минеральных кислот (азотной, серной и соляной) их легко перевести в раствор.

Реакции катиона Ti^{4+}

1. Гидроксиды щелочных металлов и аммиак ионами титана (IV) образуют белый осадок $\text{TiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, растворимый в концентрированных щелочах и плохо растворимый в кислотах.

При увеличении концентрации титана, а также pH раствора образуются полимерные соединения.

Выполнение работы. К 1-2 каплям сильнокислого раствора, содержащего ионы титана (IV), добавляют по каплям раствор NH_3 . Образуется белый осадок.

Реакции катиона Zr^{4+}

1. Гидроксиды щелочных металлов и аммиак взаимодействуют с ионами циркония (IV) с образованием белого осадка $\text{ZrO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$; это соединение практически не растворяется в щелочах и кислотах

Процедура. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего ионы циркония, добавляют 1-2 капли раствора NH_3 . Образуется белый осадок $\text{ZrO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

Реакции катиона Sb^{3+} и Sb^{5+}

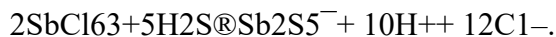
1. Металлы, стоящие в ряду напряжения левее сурьмы, в солянокислом растворе восстанавливают ионы сурьмы (III, V) до черного губчатого осадка металлической сурьмы.

Избирательность реакции повышается, если в качестве восстановителя использовать металлическое олово: $2\text{SbCl}_6^{3-} + 3\text{Sn} \rightarrow 2\text{Sb} + 3\text{SnCl}_4$

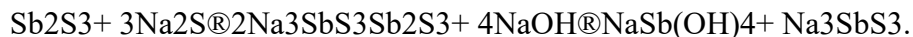
Предел обнаружения катиона сурьмы - 0,2 мкг/мл. Мешают ионы мышьяка (III, V), которые также восстанавливаются до металла. В отличие от мышьяка металлическая сурьма не растворяется в растворе NaBrO .

Ход анализа. На оловянную фольгу помещают каплю солянокислого раствора, содержащего ионы сурьмы, и оставляют стоять. Образуется черное пятно металлической сурьмы, нерастворимое в NaBrO .

2. Сероводород или сульфиды щелочных металлов в 6 М HCl образуют оранжевые осадки сульфидов сурьмы:



Осадки растворяются при нагревании в избытке сульфида натрия или NaOH :



При нагревании сульфидов сурьмы (III, V) с концентрированной HNO_3 выделяется метасурьмяная кислота HSbO_3 в виде белого осадка. В отличие от сульфидов мышьяка (III, V) Sb_2S_3 и Sb_2S_5 растворяются при нагревании в концентрированной HCl , но устойчивы (малорастворимы) в карбонате аммония:

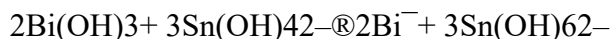


Предел обнаружения сурьмы - 0,25 мкг/мл.

Ход анализа. К 2 каплям раствора, содержащего ионы сурьмы, добавляют каплю концентрированной HCl и каплю раствора сульфида натрия. Образуется оранжевый осадок.

Реакции катиона Bi^{3+}

1. Хлорид олова (II) в щелочной среде восстанавливает висмут (III) до металлического висмута (осадок черного цвета):



Следует избегать прибавления концентрированной щелочи и нагревания, так как в этих условиях может выпасть черный осадок металлического олова вследствие разложения гидроксокомплексов олова (II):



Если же избыток щелочи слишком мал, при стоянии может образоваться черный осадок оксида олова.

Предел обнаружения висмута - 20 мкг/мл.

Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы олова (II), прибавляют по каплям 30 % - ный раствор NaOH до образования осадка гидроксида олова (II) и последующего его растворения. К полученному раствору добавляют каплю раствора нитрата висмута. Образуется черный осадок.

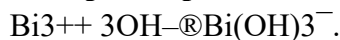
2. Иодид калия образует с ионами висмута (III) в кислой среде комплексные соединения, BiI_3 -осадок черного цвета, растворимый в избытке KI :



При сильном разбавлении раствора, содержащего BiI_4^- , получается оранжевый осадок соли BiOI :



3. Щелочи (NaOH , KOH) дают с катионом Bi^{3+} белый осадок Bi(OH)_3 , растворимый в кислотах, но нерастворимый в щелочах:

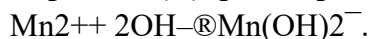


Выполнение анализа. В пробирку помещают 3 - 4 капли раствора хлорида висмута BiCl_3 и прибавляют 2-3 капли раствора щелочи. Выпадает белый осадок.

Реакции катиона Mn^{2+}

Растворы солей Mn^{2+} имеют бледно-розовую окраску, а разбавленные - бесцветны.

1. Щелочи (NaOH , KOH) осаждают катион Mn^{2+} с образованием белого осадка гидроксида марганца (II), растворимого в кислотах, но нерастворимого в щелочах:



Осадок на воздухе буреет вследствие перехода Mn^{2+} в Mn^{4+} , при этом образуется MnO(OH)_2 или H_2MnO_3 (марганцоватистая кислота).

Выполнение анализа. К 3 - 4 каплям раствора сульфата марганца (II) добавляют 3-4 капли воды и 4 - 5 капель раствора щелочи. Образуется белый осадок, который изменяет свою окраску до желто-бурой.

4. Аммиак осаждает катион Mn^{2+} в виде $Mn(OH)_2$. В присутствии солей аммония осаждение не происходит, так как произведение растворимости $Mn(OH)_2$ недостаточно мало.

Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора сульфата марганца (II) добавляют 2-4 капли воды и 3 капли раствора гидроксида аммония. Получается белый осадок, растворимый в минеральных кислотах и избытке гидроксида аммония.

Реакции катиона Mg^{2+}

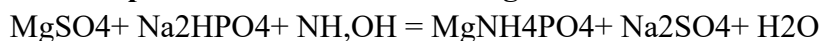
1. Щелочи KOH и NaOH образуют с катионом Mg^{2+} белый аморфный осадок $Mg(OH)_2$. Гидроксид магния растворим в кислотах и в солях аммония.

Выполнение анализа.

В пробирку вносят 4 капли раствора соли магния и прибавляют 4 капли насыщенного раствора хлорида аммония NH_4Cl .

Во вторую пробирку вносят 4 капли раствора соли магния и прибавляют 4 капли воды (чтобы концентрация растворов была одинаковая). Затем в обе пробирки добавляют осадителя - гидроксида аммония NH_4OH .

2. Гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 образует с ионами магния в присутствии NH_4OH при pH = 9 белый кристаллический осадок $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$:



При pH > 10 могут образоваться $Mg(OH)_2$ и $Mg_3(PO_4)_2$. Рекомендуется к кислому анализируемому раствору прибавлять NH_4OH до pH = 9. Из-за образования NH_4Cl в растворе поддерживается постоянным.

Предел обнаружения магния - 10 мкг/мл. Мешают ионы, образующие малорастворимые фосфаты; NH_4^+ , $K(I)$ и $Na(I)$ не мешают.

Ход анализа. К 3 - 4 каплям раствора, содержащего ионы магния, прибавляют 4-6 капель 2 М HCl , 3 - 5 капель раствора Na_2HPO_4 и при перемешивании по каплям прибавляют 2 М NH_4OH до появления запаха аммиака (pH ~ 9). Выпадает белый кристаллический осадок.

Реакции катиона Fe^{2+}

Растворы солей Fe^{2+} окрашены в бледно-зеленый цвет, разбавленные растворы бесцветны.

1. Гексацианоферрат (III) калия $K_3[Fe(CN)_6]$ образует с ионами железа (II) синий осадок, по-видимому, состава $MFeFe(CN)_6$, (где М - $K(I), Na(I)$), называемый «турнбулевой синью». Осадок нерастворим в кислотах, но разлагается щелочами с выделением гидроксидов $Fe(II, III)$.

Предел обнаружения железа - 0,02 мкг/мл. Реакция специфична.

Выполнение анализа. К 1 - 2 каплям слабокислого раствора, содержащего ионы железа (II), добавляют 1-2 капли раствора реагента. Образуется синий осадок.

2. Диметилглиоксим (реактив Чугаева) образует с ионами железа (II) в аммиачных растворах устойчивое комплексное соединение красного цвета:



где H_2D - диметилглиоксим.

Комплексное соединение $Fe(II)$ с H_2D хорошо растворимо в воде.

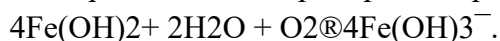
Предел обнаружения железа - 8 мкг/мл. Мешают ионы никеля (II), образующие нерастворимый в воде диметилглиоксимат никеля красного цвета. Мешающее влияние железа (III), образующего в аммиачной среде окрашенный гидроксид, устраняют добавлением лимонной, щавелевой или винной кислоты.

Выполнение анализа. К 2-3 каплям раствора, содержащего ионы железа (II), добавляют каплю 20 % - ного раствора винной кислоты, 1 каплю диметилглиоксима и по каплям раствор аммиака до щелочной реакции. Раствор окрашивается в красный цвет.

3. Щелочи (NaOH, KOH) осаждают катион Fe^{2+} в виде гидроксида железа (II):



Свежеосажденный осадок имеет белый цвет. Однако на воздухе в результате частичного окисления кислородом осадок приобретает грязно-зеленый цвет:



Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора сульфата железа (II), добавляют 5 капель дистиллированной воды и 2 капли щелочи. Обращают внимание на цвет и характер осадка.

4. Гидроксид аммония дает с катионом Fe^{2+} осадок гидроксида железа (II):



Осаждение происходит неполно, а в присутствии солей аммония осадка вообще не образуется.

Выполнение анализа. В пробирку помещают 2 - 3 капли раствора сульфата железа (II), добавляют 4-5 капель 10 % - ного раствора хлорида или сульфата аммония, а затем 2-3 капли раствора гидроксида аммония.

Реакции катиона Fe^{3+}

Растворы солей Fe^{3+} имеют желтую или красно-бурую окраску.

1. Гексацианоферрат (II) калия с ионами железа (III) образует темно-синий осадок «берлинской лазури» $\text{MFeFe}(\text{CN})_6$, аналогичный по составу «турнбулевой сини». Сначала проходит окислительно-восстановительная реакция:



Далее продукты реакции взаимодействуют между собой с образованием темно-синего осадка «берлинской лазури»:



Различие в окраске и свойствах «берлинской лазури» и «турнбулевой сини» объясняется тем, что состав осадка не полностью соответствует написанной выше формуле. Осадок «берлинской лазури» растворяется в сильных кислотах и при добавлении избытка реагента.

Предел обнаружения железа - 0,2 мкг/мл. Мешают большие количества ионов металлов, которые дают окрашенные осадки с гексацианоферратом (II) калия. Мешают фториды и оксалаты, образующие устойчивые комплексы с $\text{Fe}(\text{III})$.

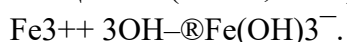
Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы $\text{Fe}(\text{III})$, добавляют 3-4 капли дистиллированной воды, 1-2 капли соляной кислоты и 2 капли реагента. Наблюдают образование темно-синего осадка «берлинской лазури».

2. Тиоцианат аммония (калия) (NH_4CNS , KCNS) в слабокислых растворах образует с $\text{Fe}(\text{III})$ комплексные соединения кроваво-красного цвета $\text{Fe}(\text{SCN})_n(3-n)^+$, где $n = 1-6$. Комплексы $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ и $\text{HFe}(\text{SCN})_4$ экстрагируются эфиром и изоамиловым спиртом.

Предел обнаружения железа - 0,5 мкг/мл. Мешают фосфаты, арсенаты, оксалаты, цитраты, тартраты, фториды, образующие с $\text{Fe}(\text{III})$ устойчивые комплексные соединения.

Выполнение анализа. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего ионы железа (III), добавляют каплю раствора NH_4SCN . Появляется кроваво-красное окрашивание раствора. Добавляют несколько капель изоамилового спирта или эфира и встряхивают. Органическая фаза окрашивается в красный цвет.

3. Щелочи (NaOH , KOH) и NH_4OH образуют с катионом Fe^{3+} красно-бурый осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$:



Гидроксид железа в отличие от гидроксида хрома (III) и гидроксида алюминия не растворяется в избытке щелочи и в солях аммония.

Ход анализа. К 3 - 4 каплям раствора хлорида железа (III), добавляют 3-4 капли дистиллированной воды и 2 - 3 капли щелочи. Обращают внимание на цвет и характер осадка.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка теоретического материала лекций, рекомендуемой литературы по теме.
2. Подготовка к тестированию.
3. Составьте уравнения окислительно-восстановительных реакций электронно-ионным методом, если на раствор, содержащий ион марганца (II), действовали: а) висмутатом натрия в присутствии азотной кислоты, б) пероксидисульфатом аммония, в) оксидом свинца (IV).

Тема 7. Закон действия масс в гетерогенных процессах. Растворимость, произведение рас-творимости. (ОПК-8)

Лекция.

Закон действия масс в гетерогенных процессах. Точные и приближенные решения уравнений. Факторы осаждения. Дробное осаждение. Взаимное превращение малорастворимых осадков. Учет коэффициента активности ионов при растворении электролитов.

Практическое занятие.

Решение задач

Типовые задания

1. Рассчитать молярную (моль/л) и массовую (г/л) растворимость сульфата кальция, если $PP(CaSO_4) = 2,5 \cdot 10^{-5}$.
2. Смешали 500 мл 0,002 М раствора хлорида бария и 500 мл 0,001 М раствора сульфата калия. Выпадет ли в этих условиях осадок сульфата бария? $PP(BaSO_4) = 1,1 \cdot 10^{-10}$.
3. Рассчитать растворимость фосфата серебра в 0,02 М растворе фосфата натрия. $PP(Ag_3PO_4) = 1,3 \cdot 10^{-20}$

Лабораторные работы.

Шестая аналитическая группа катионов (Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+})

Цель: изучение свойств катионов 6 аналитической группы

- а) проведение частных реакций катионов 6 аналитической группы
- б) анализ смеси катионов 6 аналитической группы
- в) оформление и защита отчета

Реакции катиона Co^{2+}

Катион Co^{2+} имеет в водных растворах розово-фиолетовую окраску.

Реактивы: уксусная кислота.

1. Тиоцианат аммония NH_4CNS (калия ($KCNS$)) в уксуснокислом растворе при pH 4 - 5 с ионами кобальта (II) образует окрашенные в синий цвет комплексные соединения различного состава общей формулы $Co(SCN)_n(2-n)^+$, где $n = 1, 2, 3, 4$. Кислородсодержащие растворители (эфир, ацетон, изоамиловый спирт) экстрагируют темно-синие малоустойчивые комплексы кобальта, по-видимому, состава $Co(SCN)_4(2-n)^+$. Для понижения диссоциации комплексных соединений необходимо вводить большой избыток тиоцианата.

Предел обнаружения кобальта - 3 мкг/мл. Мешают ионы железа (III), которые маскируют добавлением фторид-ионов.

Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы кобальта (II), добавляют твердый тиоцианат аммония (калия), твердый фторид аммония, 5-7 капель изоамилового спирта и встряхивают. Слой изоамилового спирта окрашивается в синий цвет.

2. Нитрит калия в уксуснокислом растворе при pH 4-5 образует с ионами кобальта (II) желтый осадок, в котором кобальт имеет степень окисления III:



В разбавленных растворах осадок образуется при нагревании и выстаивании. Эту реакцию используют для отделения кобальта от мешающих ионов.

Предел обнаружения кобальта - 0,4 мкг/мл.

Выполнение анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы кобальта (II), добавляют 2 капли 2 М CH_3COOH , 2 капли раствора CH_3COONa и твердый KNO_2 . Смесь нагревают несколько минут на водяной бане. Образуется желтый осадок.

Реакции катиона Ni^{2+}

В водных растворах соли никеля имеют зеленую окраску.

1. Диметилглиоксим (реактив Чугаева) (I) образует с ионами никеля (II) в интервале pH = 5 - 10 малорастворимое в воде комплексное соединение ало-красного цвета структуры (II):

Предел обнаружения никеля -3,2 мкг/мл. Диметилглиоксимат никеля имеет плоскую квадратную конфигурацию. Обе молекулы диметилглиоксима в комплексе связаны между собой внутримолекулярными водородными связями, стабилизирующими хелат. Это обуславливает аномальное соотношение ступенчатых констант устойчивости $K_1 < K_2$, поэтому даже при небольшом избытке реагента количественно образуется комплекс ML_2 .

Малая растворимость диметилглиоксимата никеля в воде связана с тем, что комплекс не гидратирован в координационной сфере никеля.

Выполнение анализа.

1. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего $Ni(II)$, добавляют 1-2 капли 1 % - ного этанольного раствора диметилглиоксима и 1 - 2 капли 2 М NH_3 . Образуется характерный ало-красный осадок.
2. К 1 - 2 каплям исследуемого раствора добавляют 1 2 капли 20 % - ного раствора тартрата калия-натрия, кристаллик тиосульфата натрия, 1-2 капли 10 % - ного рас-•ра солянокислого гидроксиламина и раствором NH_3 доводят рН раствора до 9. Экстрагируют насыщенным раствором реагента в $CHCl_3$. Органическая фаза в присутствии никеля окрашивается в желтый цвет.

Реакции катиона Cu^{2+}

Растворы солей Cu^{2+} имеют голубую или зеленую окраску.

1. Гексацианоферрат (II) калия при $pH < 7$ осаждает ионы меди в виде красно-бурого осадка $Cu_2Fe(CN)_6$, растворимого в аммиаке с образованием аммиакатов меди. Предел обнаружения меди - 10 мкг/мл. Проведению анализа мешают ионы $Fe(III)$, $Ni(II)$, $Co(II)$, образующие с реагентом цветные осадки. Поэтому их предварительно отделяют или связывают в устойчивые растворимые комплексные соединения. При очень малых концентрациях меди осадок не выпадает, но раствор окрашивается в розовый цвет.

Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы меди (II) ($pH < 7$), прибавляют 1 - 2 капли раствора реагента. Образуется красно-бурый осадок.

2. Аммиак при взаимодействии с ионами меди сначала осаждает основные соли переменного состава зеленого цвета, легко растворимые в избытке реагента. При $pH > 9$ образуются аммиачные комплексы меди интенсивно-синего цвета: $Cu(NH_3)(H_2O)_5^{2+}$; $Cu(NH_3)_4(H_2O)_2^{2+}$; введение пятой и шестой молекулы NH_3 затруднено.

Предел обнаружения меди - 40 мкг/мл.

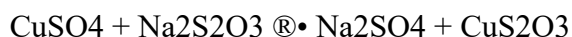
Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы меди (II), добавляют большой избыток раствора аммиака до $pH > 9$. Появление интенсивно-синей окраски указывает на присутствие меди.

3. Дитизон в интервале pH 1 - 4 с $Cu(II)$ образует внутрикомплексное единение красно-фиолетового цвета, экстрагируемое $CHCl_3$, CCl_4 .

Предел обнаружения меди - 0,1 мкг/мл. Мешают $Ag(I)$ $Hg(II)$. Если в качестве маскирующего реагента использовать KI при pH 1 - 2, то медь можно обнаружить с дитизоном без помех со стороны других ионов металлов.

Ход анализа. К 1 - 2 каплям анализируемого раствора с pH 1-2 прибавляют 5-6 капель 5 % - ного раствора KI и экстрагируют 0,02 % - ным раствором реагента в CCl_4 . В присутствии меди органический слой окрашивается в красно-фиолетовый цвет.

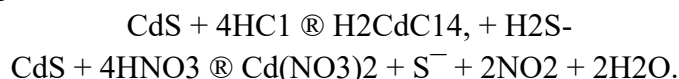
4. Тиосульфат натрия $Na_2S_2O_3$, прибавленный к подкисленному раствору соли меди, обесцвечивает раствор, так как образуется комплексная соль. При нагревании полученного раствора образуется темно-бурый осадок Cu_2S .



Процедура анализа. К 2 - 3 каплям раствора сульфата меди добавляют 4-5 капель воды, 2-3 капли раствора серной кислоты и 2 - 3 кристаллика тиосульфата натрия. Перемешивают стеклянной палочкой и нагревают. Образуется темно-бурый осадок сульфида меди (I) и серы.

Реакции катиона Cd^{2+}

1. Сероводород или сульфиды щелочных металлов при pH ~ 0,5 образуют с ионами кадмия желтый осадок сульфида кадмия. Осадок не растворим в сульфиде и гидроксиде натрия, но растворим в концентрированных HCl и HNO₃:



Предел обнаружения кадмия - 10 мкг/мл. Мешают ионы металлов, образующие в этих условиях нерастворимые сульфиды: Cu(II), Hg(II), Bi(II), Sn(II, IV), Sb(III, V) и др.

Ход анализа. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего ионы кадмия, прибавляют каплю раствора сульфида натрия; выпадает желтый осадок.

2. Дитизон взаимодействует с ионами кадмия в интервале pH 6,5 - 14 с образованием красного внутриком-плексного соединения, экстрагируемого CHCl₃ и CCl₄.

Предел обнаружения кадмия - 0,5 мкг/мл, мешающее влияние большинства ионов металлов устраняют добавлением тартратов и диметилглиоксима. В этом случае мешают только Ag(I), Hg(II) и Cu(II), их удаляют предварительной экстракцией раствором дитизона в CCl₄ при pH 1-2.

Ход анализа. К 2 - 3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 М HCl до pH 1 - 2 и экстрагируют насыщенным раствором дитизона в CCl₄. После разделения фаз к водной фазе добавляют 2-3 капли 20 % - ного раствора тартрата калия-натрия, 1 - 2 капли 1 % - ного раствора диметилглиоксима и 30 % - ный раствор NaOH до pH 9 - 10 и экстрагируют 0,002 % - ным раствором реагента в CCl₄. В присутствии кадмия органический слой окрашивается в красный цвет.

4. Тиомочевина образует с солями кадмия легкорастворимые комплексные соли, которые легко разлагаются сероводородом даже при избытке тиомочевины.

Проведение анализа. К 3 - 4 каплям анализируемого раствора добавляют 3-4 кристаллика тиомочевины, перемешивают палочкой, через 2-3 мин добавляют 5 - 6 капель свежеприготовленной сероводородной воды. В присутствии катиона Cd²⁺ выпадает желто-оранжевый осадок.

Реакции катиона Hg²⁺

1. Сероводород или сульфиды щелочных металлов с ионами ртути (II) в кислых растворах (6 - 7 М HCl) образуют черный осадок HgS.

Известны три модификации HgS: красная, имеющая искаженную решетку NaCl с зигзагообразными цепями Hg - S - Hg, идентичная киновари. Черная форма, встречающаяся в виде минерала метациннобарита, имеющая структуру цинковой обманки; Р-киноварь, которая образуется при взаимодействии тиосульфата натрия с нейтральным раствором хлорида ртути (II).

При медленном пропускании H₂S через кислые растворы соли ртути можно наблюдать образование промежуточных продуктов белого, серого, желтого и буроватого цветов состава Hg_mCl_nS_x(Hg₃Cl₂S₂). Обычно из кислых растворов солей ртути осаждается HgS в виде черного осадка. Произведение растворимости HgS₄срН равно 1,5 · 10⁻⁵², однако его растворимость на самом деле значительно больше из-за побочных реакций, протекающих с образованием соединений H₂S, HS⁻, Hg(OH)⁺ и Hg(OH)₂⁺. Черный HgS при нагревании или при действии щелочных растворов полисульфидов превращается в красную форму; сульфид ртути растворим в царской водке; в смесях HCl и H₂O₂; HCl и KI.

Предел обнаружения ртути в сильноокислых растворах - 10 мкг/мл.

Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионы ртути (II), добавляют 3-4 капли концентрированной HCl, 3-4 капли раствора сульфида аммония и нагревают на водяной бане. Образуется черный осадок HgS. Осадок центрифугируют, часть его переносят в другую пробирку и растворяют в царской водке; оставшуюся часть осадка растворяют в смеси HCl и KI.

2. Иодид калия при взаимодействии с ионами ртути (II) осаждает красный осадок HgI₂.

Имеются две модификации HgI₂: красная и желтая. Красная модификация при нагревании до 150 °С переходит в желтую.

Проведение анализа. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего ионы ртути (II), добавляют по каплям раствор KI до образования осадка HgI₂ и избыток до растворения осадка и образования HgI₄²⁻. К полученному раствору добавляют 1-2 капли раствора NH₄Cl и 1 - 2 капли 30 % - ного раствора KOH. Образуется красно-бурый осадок.

3. Дитизон в растворах минеральных кислот образует с ионами Hg(II) внутрикомплексное соединение оранжевого цвета, экстрагируемое CCl_4 и CHCl_3 . Предел обнаружения ртути - 1 мкг/мл. Мешают ионы серебра. Для их удаления экстракт рыхивают с 1 М HCl .

Ход анализа. К 1 - 2 каплям исследуемого раствора добавляют 1-2 капли 6 М H_2SO_4 и экстрагируют 0,002 % -раствором реагента в CCl_4 . В присутствии ртути (II) органический слой окрашивается в оранжевый цвет. Если в анализируемом растворе присутствует Ag(I) , органическую фазу встряхивают с 1 М HCl .

Ход анализа смеси катионов шестой группы дробным методом

Катионы этой группы относительно легко могут быть определены частными реакциями из отдельных проб.

Открытие катиона Cu^{2+} целесообразно проводить действием концентрированного раствора гидроксида аммония.

В том случае, если окраска получается недостаточно характерная для катиона Cu^{2+} , можно провести проверку. Для этого к 3 - 4 каплям исследуемого раствора, прибавляют 2 капли раствора щелочи и образовавшийся осадок нагревают на водяной бане 5 мин (в присутствии катиона Si + осадок приобретает черный цвет вследствие образования CuO).

Затем добавляют избыток (6 капель) раствора хлорида аммония NH_4Cl , перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют. Центрифугат отделяют и осадок обрабатывают 3-4 каплями азотной кислоты. К полученному раствору приливают 8-10 капель концентрированного раствора гидроксида аммония. В присутствии катиона Cu^{2+} раствор окрашивается в лазурно-синий цвет.

Открытие катионов Hg^{2+} из общего раствора, содержащего катионы шестой группы, обычно проводится реакцией с иодидом калия или восстановлением хлоридом олова (II) SnCl_2 до металлической ртути или на медной пластинке.

Открытие катиона Cd^{2+} удобно и надежно производить с сероводородной водой или тиосульфатом натрия.

Катион Cd^{2+} открывается реакцией с роданидом аммония NH_4CNS .

Катион Ni^{2+} открывают реакцией Чугаева с диметилглиоксимом.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка теоретического материала лекций, рекомендуемой литературы.
2. Подготовка к текущему контролю.

Тема 8. Методы обнаружения и идентификации. Хроматография. (ОПК-8)

Лекция.

Идентификация атомов, ионов, молекул и веществ. Дробный и систематический анализ. Микрорентгенохимический и пирохимический анализ (окрашивание пламени, возгонка, образование перлов). Методы разделения и концентрирования. Коэффициент распределения. Хроматография. Адсорбционная хроматография, вытеснительная и ионообменная хроматография. Распределительная хроматография. Бумажная хроматография. Газовая и жидкостная хроматография.

Практическое занятие.

Решение задач.

Лабораторные работы.

Первая аналитическая группа анионов B(OH)_4^- , SiO_3^{2-} , PO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, F^-)

Цель: изучение свойств анионов 1 аналитической группы анионов

- а) проведение частных реакций 1 аналитической группы анионов
- б) анализ смеси катионов 1 аналитической группы анионов
- в) оформление и защита отчета

Первая аналитическая группа анионов:

B(OH)_4^- , SiO_3^{2-} , PO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, F^-)

Анионы образуются p-элементами, то есть элементами IV - VII групп 2-, 3-, 4- и реже 5- и 6-го периодов периодической системы элементов. В растворах в виде анионов могут быть бор - элемент III группы 2-го периода и ионы переходных элементов (d-элементы) в их высших степенях окисления. Один и тот же элемент может образовать несколько анионов с различными свойствами.

Реакции борат-анионов

1. Окрашивание пламени. Летучие соединения бора окрашивают пламя горелки в зеленый цвет.

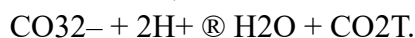
Большинство боратов разлагаются концентрированной H_2SO_4 с выделением летучей H_3BO_3 . Реакцию проводят в ушке платиновой или нихромовой проволоки.

Проведение анализа. В фарфоровой чашке выпаривают 5-8 капель раствора, содержащего борат-ионы. Сухой остаток смачивают 1-2 каплями (не более) концентрированной H_2SO_4 , добавляют несколько капель этанола или метанола, перемешивают стеклянной палочкой и поджигают. Пламя окрашивается по краям в зеленый цвет.

Реакции карбонат-аниона

Угольная кислота H_2CO_3 существует только в водном растворе.

1. Кислоты, в том числе и CH_3COOH , разлагают карбонаты с выделением CO_2 :



Углекислый газ обнаруживают по помутнению известковой или баритовой воды (насыщенных водных растворов $Ca(OH)_2$ и $Ba(OH)_2$):



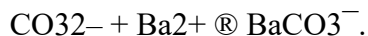
При пропускании больших количеств CO_2 осадок может раствориться:



Обнаружению CO_3^{2-} мешают SO_3^{2-} и $S_2O_3^{2-}$, так как SO_2 , выделяющийся при подкислении раствора, образует осадки $CaSO_4$ и $BaSO_4$ с известковой и баритовой водой. Поэтому предварительно окисляют SO_3^{2-} и $S_2O_3^{2-}$ до SO_4^{2-} пероксидом водорода при нагревании.

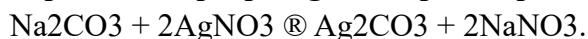
Ход анализа. В пробирку вносят 5-6 капель раствора Na_2CO_3 и 5 - 6 капель 2 М HCl . Закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная палочка с шариком на конце. На шарик подвешивают каплю известковой или баритовой воды. При нагревании пробирки наблюдается помутнение висящей капли.

2. Хлорид бария с карбонат-ионом образует белый осадок $BaCO_3$, растворимый в кислотах (кроме серной кислоты):



Выполнение анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего карбонат-ионы, добавляют 2-3 капли $BaCl_2$. Образуется белый осадок.

3. Нитрат серебра $AgNO_3$ при взаимодействии с карбонат-ионом образует белый осадок карбоната серебра Ag_2CO_3 , растворимый в кислотах (кроме HCl):



Ход анализа. К 3 - 4 каплям раствора карбоната натрия добавляют 3-4 капли раствора нитрата серебра. Обращают внимание на характер осадка.

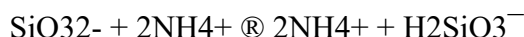
Реакции силикат-аниона

Свободная кремниевая кислота почти нерастворима в воде, но очень легко образует коллоидные растворы. При разрушении коллоидного раствора осаждается гель кремниевой кислоты $nSiO_2 \cdot mH_2O$, причем тип зависят от условий осаждения. Растворимы в воде только силикаты щелочных металлов. Нерастворимые силикаты переводят в раствор обработкой кислотами или сплавлением с Na_2CO_3 .

1. Разбавленные кислоты при медленном добавлении к раствору силиката натрия выделяют белый студенистый осадок (гель) кремниевых кислот $nSiO_2 \cdot mH_2O$. При быстром прибавлении кислоты осадок выпадает не сразу, полного осаждения кремниевых кислот раствор несколько раз выпаривают досуха с концентрированной HCl . При этом кремниевая кислота переходит в практически нерастворимое в кислотах состояние и при обработке раствором кислоты осаждается. Таким образом, можно обнаружить силикат-ион в присутствии всех анионов.

Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего сат-ионы, прибавляют по каплям 2 М НС1 и нагревают. Образуется белый студенистый осадок.

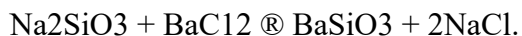
2. Соли аммония выделяют из растворов силикатов кремниевую кислоту полнее, чем кислоты:



Этой реакцией можно обнаружить силикат-ион в присутствии всех анионов.

Выполнение анализа. К 4 - 5 каплям раствора, содержащего силикат-ионы, прибавляют 3 капли раствора NH₄Cl и нагревают. Образуется белый студенистый осадок.

3. Хлорид бария с силикат-ионом образует белый осадок:



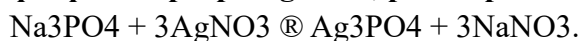
Проведение анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего силикат-ионы, добавляют 2-3 капли BaCl₂. Образуется белый осадок.

Реакции фосфат-аниона

3. Хлорид бария с фосфат-ионом образует белый осадок, растворимый в кислотах (кроме серной кислоты): $2\text{Na}_3\text{PO}_4 + 3\text{BaCl}_2 \rightleftharpoons \text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2 + 6\text{NaCl}$

Выполнение анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего фосфат-ионы, добавляют 2-3 капли BaCl₂. Образуется белый осадок.

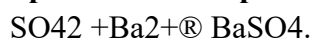
4. Нитрат серебра AgNO₃ при взаимодействии с фосфат-ионом образует желтый осадок фосфата серебра Ag₃PO₄, растворимый в азотной кислоте:



Процедура анализа. К 3 - 4 каплям раствора фосфата натрия добавляют 3-4 капли раствора нитрата серебра. Обращают внимание на характер осадка.

Реакции сульфат-аниона

1. Хлорид бария с сульфат-ионом образует белый кристаллический осадок BaSO₄, практически нерастворимый в кислотах:



Процедура анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего сульфат-ионы, подкисленного несколькими каплями 2 М НС1, добавляют 1 - 2 капли раствора BaCl₂. Образуется белый осадок.

2. Нитрат серебра AgNO₃ при взаимодействии с сульфат-ионом в концентрированных растворах образует белый осадок сульфата серебра Ag₂SO₄, растворимый в азотной кислоте:



Ход анализа. К 3 - 4 каплям раствора сульфата натрия добавляют 3-4 капли раствора нитрата серебра. Обращают внимание на характер осадка.

Реакции сульфит - аниона

1. Йодная или бромная вода при взаимодействии с растворами сульфидов обесцвечивается:



Этой реакции мешают анионы S²⁻ и NO₂⁻

Проведение анализа. К 4 - 5 каплям сульфита натрия добавляют 5 капель серной кислоты и 2 - 3 капли иода. Раствор почти обесцвечивается.

2. Нитрат серебра AgNO₃ при взаимодействии с сульфит - ионом в концентрированных растворах образует белый осадок сульфита серебра Ag₂SO₃, растворимый в азотной кислоте:



Ход анализа. К 3 - 4 каплям раствора сульфита натрия добавляют 3-4 капли раствора нитрата серебра. Обращают внимание на характер осадка.

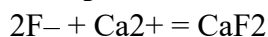
5. Сульфит - ион можно восстановить до H₂S.

Проведение анализа. К раствору сульфита натрия добавляют избыток 2 N раствора соляной кислоты и кусочек металлического цинка. При этом выделяется сероводород, который узнается по запаху, по почернению бумаги, смоченной раствором ацетата свинца:



Реакции фторид - аниона

1. Хлорид кальция CaCl_2 образует с фторид-ионом белый осадок CaF_2 , труднорастворимый в минеральных кислотах, нерастворимый в уксусной кислоте:



Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего фторид-ионы, прибавляют 3-4 капли раствора CaCl_2 . Образуется белый осадок.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка теоретического материала лекций, рекомендуемой литературы.
2. Подготовка к коллоквиуму

Тема 9. Коллоидные системы в аналитической химии. (ОПК-8)

Лекция.

Химические реакции, ведущие к образованию коллоидных систем. Мицелла и коллоидная частица. Правило Липатова. Коагуляция и седиментация коллоидных систем. Пептизация осадка.

Практическое занятие.

Решение задач.

Лабораторные работы.

Вторая и третья аналитическая группа анионов

Цель: изучение свойств анионов 2 и 3 аналитической группы анионов

- а) проведение частных реакций 2 и 3 аналитической группы анионов
- б) анализ смеси катионов 2 и 3 аналитической группы анионов
- в) оформление и защита отчета

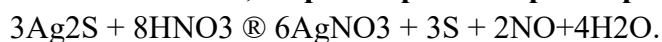
Групповым реагентом на анионы второй группы является нитрат серебра в присутствии разбавленной азотной кислоты.

Реакции сульфид-аниона

Сульфид-ион является сильным основанием:



1. Нитрат серебра образует с сульфид-ионом черный осадок Ag_2S , нерастворимый в NH_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и KCN , но растворимый при нагревании в 2 М HNO_3 :



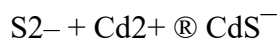
Обнаружить S^{2-} по образованию черного осадка можно в присутствии всех анионов.

Ход анализа. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего S^{2-} сульфид-ионы, прибавляют 1-2 капли раствора AgNO_3 . Образуется черный осадок.

2. Разбавленные кислоты (H_2SO_4 или HCl) разлагают как растворимые, так и многие малорастворимые в воде сульфиды с выделением H_2S , который можно обнаружить по характерному запаху тухлых яиц или по почернению фильтровальной бумаги, смоченной раствором ацетата свинца или гидроксокомплекса свинца.

Выполнение анализа. В газовую камеру помещают несколько капель раствора, содержащего сульфид-ионы, или небольшое количество твердого сульфида, добавляют несколько капель 2 М HCl или 1 М H_2SO_4 . Закрывают камеру стеклом, к которому прикреплена фильтровальная бумага, смоченная раствором ацетата свинца или гидроксокомплекса свинца. Бумага чернеет.

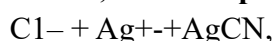
3. Соли кадмия образуют с сульфид-ионом желтый осадок CdS , растворимый в концентрированной HCl или разбавленной HNO_3 :

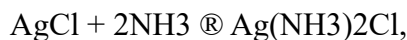


Проведение анализа. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего сульфид-ионы, прибавляют 1 - 2 капли раствора CdSO_4 , CdCl_2 или небольшое количество CdCO_3 . Образуется желтый осадок. При использовании CdCO_3 белый осадок CdCO_3 постепенно желтеет.

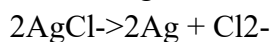
Реакции хлорид-иона

1. Нитрат серебра с хлорид-ионом образует белый творожистый осадок AgCl , нерастворимый в HNO_3 , но легко растворимый в NH_3 :





Осадок AgCl темнеет на свету вследствие выделения металлического серебра:



Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего ионид-ионы, добавляют 2-3 капли раствора AgNO_3 . Образуется белый творожистый осадок.

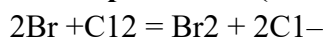
Реакции бромид-аниона

Бромистоводородная кислота так же, как и HCl в водных растворах, является сильной кислотой. Малорастворимы AgBr , Hg_2Br_2 , HgBr_2 , PbBr_2 и CuBr_2 .

1. Нитрат серебра образует с бромид-ионом бледно-желтый осадок AgBr , нерастворимый в HNO_3 , малорастворимый в NH_3 . Предел обнаружения бромид-иона - 5 мкг/мл.

Проведение анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего бромид-ионы, добавляют 2-3 капли раствора AgNO_3 . Образуется бледно-желтый осадок. Окраска осадка зависит от размеров частиц. Часто осадок получается белым.

2. Хлорная вода (водный раствор Cl_2) окисляет Br^- до Br_2 :



Раствор бурет вследствие выделения свободного Br_2 . Органические растворители - CHCl_3 , CCl_4 , C_6H_6 - экстрагируют Br_2 с образованием растворов, окрашенных в оранжевый цвет.

Ход анализа. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего бромид-ионы, прибавляют 2-3 капли 1 М H_2SO_4 и 1 - 2 капли хлорной воды; раствор бурет. Добавляют несколько капель CHCl_3 , CCl_4 , C_6H_6 и встряхивают. Слой органического растворителя окрашивается в оранжевый цвет.

Реакции иодид-аниона

В водных растворах иодистоводородная кислота диссоциирует нацело. Она окисляется кислородом воздуха при обычной температуре на свету процесс ускоряется:

1. Нитрат серебра образует с иодид-ионом желтый осадок AgI , нерастворимый в HNO_3 , но хорошо растворимый в KCN и $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

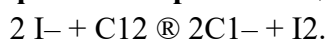
Предел обнаружения иодида - 1 мкг/мл.

Иодид серебра, как и AgBr , взаимодействует с цинком в присутствии 1 М раствора H_2SO_4 :



Ход анализа. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего иодид-ионы, добавляют 2-3 капли раствора AgNO_3 . Образуется желтый осадок.

2. Хлорная вода окисляет I^- до I_2 . При этом раствор бурет, а при добавлении крахмала синет. Органические растворители (CHCl_3 , CCl_4) экстрагируют I_2 , окрашиваясь в фиолетово-розовый цвет:



Проведение анализа. К 1 - 2 каплям раствора, содержащего иодид-ионы, добавляют 2-3 капли 1 М H_2SO_4 , 1-2 капли хлорной воды и 1 - 2 капли раствора крахмала. Появляется синее окрашивание. Вместо крахмала можно добавить несколько капель CHCl_3 и встряхнуть. Слой органического растворителя окрашивается в фиолетово-розовый цвет.

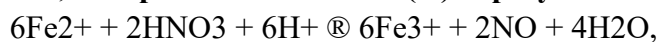
4. Катионы свинца Pb^{2+} образуют с анионом I^- золотистый осадок иодида свинца.

Ход анализа. К 3 - 4 каплям анализируемого раствора добавляют 3-4 капли раствора, содержащего катионы Pb^{2+} . Выпадает золотистый осадок.

Третья группа анионов (NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- , ClO_3^- , ClO_4^- , MnO_4^-)

Реакции нитрат-аниона

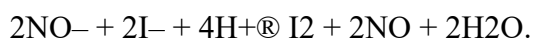
1. Сульфат железа (II) в присутствии концентрированной H_2SO_4 восстанавливает NO_3^- до NO , которая с избытком Fe(II) образует комплексное соединение $\text{Fe(H}_2\text{O)}_5\text{NO}^{2+}$ бурого цвета:



Ход анализа. На стеклянную пластинку помещают каплю раствора, содержащего нитрат-ионы, кристаллик FeSO_4 и осторожно каплю концентрированной H_2SO_4 . Ста-раются не перемешивать раствор. Вокруг кристаллика образуется бурое кольцо.

Реакции нитрит-аниона

1. Иодид калия в разбавленных HCl , H_2SO_4 или уксуснокислой среде окисляется нитритом до I_2 :



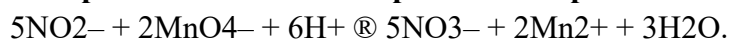
Предел обнаружения нитрита - 0,1 мкг/мл. Мешают окислители (MnO_4^-) и сильные восстановители (SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, S^{2-}).

Ход анализа.

1. К 2 - 3 каплям раствора, содержащего нитрит-ионы, добавляют 1-2 капли 2 М HCl или CH_3COOH и 2 -3 капли раствора KI . Раствор буреет вследствие выделения I_2 . При добавлении 1 - 2 капель раствора крахмала появляется темно-синяя окраска.

2. На фильтровальную бумагу наносят последовательно каплю раствора крахмала, каплю 2 М CH_3COOH и каплю раствора KI . Капля должна оставаться бесцветной. Вносят каплю раствора, содержащего нитрит-ионы. Появляется синяя окраска.

2. Перманганат калия в сернокислой среде окисляет NO_2^- до NO_3^- :



При этом раствор KMnO_4 обесцвечивается.

Проведение анализа. К 2 - 3 каплям раствора KMnO_4 прибавляют 2-3 капли 1 М H_2SO_4 , несколько капель раствора, содержащего нитрит-ионы, и слегка подогревают. Раствор обесцвечивается.

Реакции ацетат-аниона

1. Твердые гидросульфат калия или натрия при растирании с твердыми ацетатами выделяют летучую CH_3COOH , которую обнаруживают по запаху:

$\text{CH}_3\text{COO}^- + \text{HSO}_4^- \rightarrow \text{CH}_3\text{COOH} + \text{SO}_4^{2-}$. Обнаружению CH_3COO^- мешают большие количества Cl^- , Br^- , I^- . В таком случае CH_3COO^- обнаруживают после осаждения этих анионов групповыми реагентами.

Проведение анализа. В маленькую ступку помещают сухой остаток, полученный после выпаривания раствора, содержащего CH_3COO^- , добавляют твердый KHSO_4 , хорошо перемешивают и растирают пестиком. Появляется запах CH_3COOH .

2. Хлорид железа (III) при взаимодействии с растворами ацетатов образует ацетат железа, который легко подвергается гидролизу:



Ход анализа. К 1 - 2 каплям раствора ($\text{pH} = 7$), содержащего CH_3COO^- , прибавляют 2-3 капли раствора FeCl_3 , при этом образуется ацетат железа красно-бурой окраски. При разбавлении раствора водой в 2 - 3 раза и нагревании выпадает осадок основной соли $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})(\text{OH})_2$.

2. Серная кислота, взаимодействуя с ацетатами, вытесняет из них свободную уксусную кислоту, которая, улетучиваясь при нагревании, придает раствору специфический запах уксуса.

Ход анализа. В пробирку помещают 5-6 капель раствора ацетата натрия и добавляют 2 капли концентрированной серной кислоты. Осторожно нагревают. Уксусную кислоту обнаруживают по запаху.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка теоретического материала лекций, рекомендуемой литературы по теме.
2. Подготовка к тестированию.

Тема 10. Анализ смесей ионов. Анализ раствора химического соединения. (ОПК-8)

Лекция.

Не предусмотрена

Практическое занятие.

Решение заданий

Типовые задания:

1. Смесь сухих солей: карбонат калия, хлорид хрома (III), хлорид железа (III), нитрат меди (II) растворили в воде. Какие соединения будут в осадке, какие ионы будут в растворе? Составьте схему анализа, уравнения реакций в ионном виде разделения, растворения образующихся осадков и обнаружения присутствующих в смеси катионов и анионов.

2. Смесь сухих солей: сульфат калия, хлорид аммония, нитрат стронция, хлорид кальция, хлорид бария растворили в воде. Какие соединения будут в осадке, какие ионы будут в растворе? Составьте схему хода анализа, уравнения

реакций в ионном виде разделения, растворения образующихся осадков и обнаружения присутствующих в смеси катионов.

3. Смесь сухих солей: нитрат серебра, хлорид бария, нитрат хрома (III), хлорид сурьмы (III) растворили в воде. Какие соединения будут в осадке, какие ионы будут в растворе? Составьте схему анализа, уравнения реакций в ионном

виде для разделения, растворения образующихся осадков и обнаружения присутствующих в смеси катионов.

Лабораторные работы.

Анализ смеси катионов всех аналитических групп.

Цель: изучение методики проведения анализа смеси катионов 1-6 аналитических групп ионов

- анализ смеси катионов 1-6 аналитических групп
- оформление и защита отчета

Анализ анионов всех аналитических групп.

Цель: изучение методики проведения анализа смеси катионов 1-3 аналитических групп анионов

- анализ смеси анионов 1-3 аналитических групп
- оформление и защита отчета

При анализе смеси катионов всех аналитических групп прежде всего необходимо обратить внимание на окраску, реакцию раствора (pH), на пробу с серной и соляной кислотами, на реакцию с хлоридом олова SnCl_2 .

Отсутствие окраски дает возможность предположить, что в смеси нет катионов Cr^{3+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} . Если реакция раствора нейтральная, то можно считать, что катионы Sn^{2+} , Sn^{4+} , Bi^{3+} и Hg_2^{2+} отсутствуют.

Если при прибавлении к отдельной пробе исследуемого раствора серной кислоты осадка не образуется, то в смеси отсутствуют катионы Pb^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} и, вероятно, катион Ca^{2+} . Если не выпадает осадок при пробе с соляной кислотой, то можно сделать вывод, что катионов Ag^+ , Hg_2^{2+} и, возможно, катиона Pb^{2+} нет. Если же при прибавлении к отдельной порции раствора гидроксида натрия и хлорида олова SnCl_2 не появляется черный осадок, то это является основанием предположить, что катионы Bi^{3+} , Hg_2^{2+} , Hg^{2+} отсутствуют. Испытуемый раствор может быть с осадком и без него.

Анализ смеси катионов, содержащей осадок Анализ смеси с отделением осадка

Отделяют осадок и анализируют отдельно осадок и раствор. Для этого берут 2 - 3 мл полученной для исследования смеси (часть анализируемого продукта оставляют для повторения определения), осадок предварительно взмучивают и центрифугируют. Полученный осадок исследуют сначала на катион Pb^{2+} , для этого его промывают 6 — 8 каплями горячей дистиллированной воды, центрифугируют и открывают катион Pb^{2+} иодидом калия KI. Открытие катионов Sb^{3+} . Осадок после отделения катионов Pb^{2+} промывают соляной кислотой (8-10 капель 2 N раствора соляной кислоты). Центрифугат пипеткой переносят в другую пробирку и разбавляют пятью объемами воды. Если в данном случае образуется осадок, то его отфильтровывают и на фильтре обрабатывают 2 каплями сероводородной воды. При наличии катиона Sb^{3+} появляется оранжевое окрашивание.

Обнаружение катионов Ag^+ и Hg^{2+} . После удаления хлорида свинца и гидроксида сурьмы открывают катионы Hg^{2+} и Ag^+ .

Открытие катионов Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} и Pb^{2+} . Эти катионы обнаруживают в осадке после отделения катионов Ag^+ и Hg^{2+} . Для чего осадок после обработки раствором гидроксида аммония промывают дистиллированной водой (два раза по 4 - 5 капель воды). После промывки водой осадок несколько раз обрабатывают горячим 30 % - ным раствором ацетата аммония до полного удаления катиона Pb^{2+} и хлорид-меркураммония.

Раствор (центрифугат после отделения осадка) анализируйте по схеме работы №9.

Анализ смеси без отделения осадка

Раствор с осадком тщательно взбалтывают и часть смеси - 2 - 3 мл - исследуют, другую часть сохраняют для контрольных определений. Проводят предварительные испытания из отдельных порций капельным методом: на катион Fe^{2+} с гексацианоферратом (III) калия в кислой среде, на катион Fe^{3+} с гексацианоферратом (II) калия в кислой среде и на катион NH_4^+ нагреванием с гидроксидом натрия.

После предварительных испытаний к 2 мл смеси добавляют 6-7 капель 2 N раствора азотной кислоты, перемешивают, нагревают на водяной бане, охлаждают, добавляют 5 капель концентрированной соляной кислоты, дают постоять 2-3 мин и центрифугируют.

В осадке могут быть катионы второй и третьей группы в виде солей $PbCl_2$, $PbSO_4$, $AgCl$, Hg_2Cl_2 , $BaSO_4$, $CrSO_4$, $CaSO_4$.

В растворе (центрифугате) могут находиться катионы всех шести групп.

Анализ смеси без осадка

Предварительное определение катионов Fe^{2+} , Fe^{3+} и NH_4^+ проводят из отдельных проб.

Отделение и открытие катионов Pb^{2+} , Ag^+ , Hg^{2+} производят так же, как при анализе смеси катионов первых трех групп. В состав центрифугата I будут входить катионы первой, третьей, четвертой, пятой и шестой групп.

Выделение и обнаружение катионов третьей группы. Центрифугат после отделения солей $PbCl_2$, Hg_2Cl_2 и $AgCl$ обрабатывают 8-10 каплями 2 N раствора серной кислоты, нагревают 4-5 мин, дают постоять и анализируют.

Открытие катионов первой группы NH_4^+ , K^+ , Na^+ . Берут 1 мл центрифугата (после отделения катионов третьей группы), нейтрализуют до слабощелочной реакции концентрированным раствором гидроксида аммония, добавляют 5—6 капель карбоната аммония. Осадок отделяют центрифугированием, раствор упаривают досуха на сетке и прокаливают до полного удаления следов катиона NH_4^+ (проба с реактивом Несслера). Полученный после прокаливания осадок растворяют в 5 - 6 каплях дистиллированной воды и определяют катион K^+ и катион Na^+ .

Выделение и открытие катионов четвертой, пятой и шестой групп. Центрифугат после отделения катионов третьей группы (определения катионов первой группы) нейтрализуют гидроксидом натрия до щелочной реакции на лакмус, наполовину упаривают и анализируют). Кроме того, смесь катионов четвертой, пятой и шестой групп, как это было указано выше, можно исследовать дробным методом.

Анализ смеси анионов первой, второй и третьей групп

Для анализа берут около 30 капель (1,5 мл) испытуемого раствора. Остальную часть раствора сохраняют до окончания исследования и сдачи результатов работы.

Предварительные испытания

Проба на анионы первой группы. К 4 - 5 каплям нейтрального или слабощелочного раствора прибавляют столько же раствора хлорида бария ($BaCl_2$). Образование осадка указывает на присутствие анионов первой группы. В таком случае проводят частные реакции на каждый анион первой группы.

Проба на анионы второй группы. К 4 - 5 каплям исследуемого раствора прибавляют несколько капель азотной кислоты и 4 - 5 капель раствора нитрата серебра. Если осадок образуется, значит, присутствуют анионы второй группы. В таком случае в отдельной порции раствора открывают анионы второй группы.

Испытание реакции раствора на лакмус. Испытывают анализируемый раствор на лакмус. Если он показал кислую реакцию, то в нем не могут присутствовать анионы CO_3^{2-} , SO_3^{2-} .

Проба на присутствие анионов-окислителей.

К 6 каплям исследуемого раствора, подкисленного 2 N раствором серной кислоты, прибавляют 2-3 капли раствора иодида калия KI и несколько капель крахмального клейстера. При наличии аниона-окислителя NO_2^- раствор окрашивается в синий цвет.

Испытание на анионы-восстановители. К 5 - 6 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 2 N раствора серной кислоты и 2 - 3 капли разбавленного раствора перманганата калия KMnO_4 . Если при этом перманганат обесцвечивается, то в растворе могут присутствовать анионы-восстановители SO_3^{2-} , NO_2^- , I^- , Br^- , и, возможно, Cl^- .

Проба на выделение газов. К 3 - 4 каплям исследуемого раствора приливают 3 капли 2 N раствора серной кислоты и слегка встряхивают пробирку. Если выделение газа незаметно, то раствор слегка нагревают. Выделение пузырьков газа указывает на возможное присутствие анионов CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- . По свойствам газов CO_2 , SO_2 , H_2S , NO_2 (запах, цвет) устанавливают их возможный состав. На основании предварительных испытаний делают вывод о том, какие анионы могут находиться в растворе. После этого приступают к их обнаружению.

Обнаружение отдельных анионов

Обнаружение аниона SO_4^{2-} . Анион SO_4^{2-} открывают дробным осаждением из отдельной пробы раствора действием хлорида бария BaCl_2 в среде подкисленной азотной или соляной кислотой.

Обнаружение аниона SO_3^{2-} . Анион SO_3^{2-} открывают из отдельной порции раствора разложением серной кислотой (при нагревании). Выделяющийся сернистый газ пропускают через раствор перманганата калия.

Обнаружение аниона CO_3^{2-} . Анион CO_3^{2-} открывают отдельной порции раствора частными реакциями. Если в растворе присутствует анион SO_3^{2-} , то его предварительно переводят в SO_4^{2-} , так как он будет мешать обнаружению CO_3^{2-} . Для этого к исследуемому раствору добавляют 1 % - ный раствор перекиси водорода и нагревают на водяной бане. После этого испытывают раствор на анион CO_3^{2-} .

Обнаружение аниона SiO_3^{2-} . Анион SiO_3^{2-} обнаруживают из отдельной пробы испытуемого раствора путем аботки ее хлоридом аммония или соляной кислотой.

Обнаружение аниона PO_4^{3-} . Анион PO_4^{3-} открывают отдельной пробы раствора магниезальной смесью. Если в растворе присутствуют анионы второй группы, то открытие иона PO_4^{3-} производят следующим образом. К 5 - 6 каплям раствора приливают такой же раствора хлорида бария BaCl_2 . Осадок центрифугируют и промывают водой и растворяют в 2 N соляной кислоте. Полученный раствор нейтрализуют аммиаком и отбывают анион PO_4^{3-} магниезальной смесью.

Обнаружение хлорид-ионов Cl^- . Если в испытуемом растворе отсутствует анион Br^- , то анион Cl^- открывают частными реакциями. Если же в растворе присутствуют анионы Br^- , то открывать анионы Cl^- следует так же, но только осадок солей серебра обрабатывают не гидроксидом аммония NH_4OH , а карбонатом аммония.

Обнаружение аниона Br^- . Открытие анионов Br^- осуществляют окислением их хлорной водой до свободного брома в присутствии бензола.

Обнаружение аниона I^- . К 5 каплям испытуемого раствора добавляют 2 капли концентрированной серной кислоты. Выделившийся свободный иод обнаруживают крахмальной бумажкой.

Обнаружение аниона S^{2-} . Анионы S^{2-} открывают из отдельных порций раствора нитратом свинца или окислением их до свободной серы.

Обнаружение аниона NO_3^- . Если в растворе отсутствуют ионы NO_2^- , то анионы NO_3^- открывают дифениламином. Если же в растворе присутствуют анионы NO_2^- , то их надо предварительно удалить при помощи хлорида аммония или мочевины.

Обнаружение аниона NO_2^- – Анион NO_2^- – открывают из отдельных проб раствора кислотами (выделение бурого газа), иодидом калия.

Обнаружение аниона CH_3COO^- –. Анионы CH_3COO^- открывают из отдельных проб раствора: действием серной кислоты (выделение свободной уксусной кислоты), взаимодействием со спиртом.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка теоретического материала лекций, рекомендуемой литературы по теме.

Тема 11. Гравиметрический анализ. (ОПК-8)

Лекция.

Методы выделения, осаждения и отгонки. Прямые и косвенные методы. Требования к осаждаемой и весовой формам. Количество осадителя. Промывание осадка. Чувствительность анализа и ошибки в гравиметрии.

Практическое занятие.

Решение задач.

Лабораторные работы.

Лабораторная работа 1. Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Цель: Определение кристаллизационной воды в предложенном образце методом косвенной отгонки.

Реактивы: хлорида бария кристаллогидрат (1,5 г)

Взятие навески. Бюкс, в котором будет производиться взвешивание, необходимо тщательно вымыть, высушить в сушильном шкафу и поставить в эксикатор на 20 мин. При высушивании и охлаждении бюкс должен быть открыт, а при взвешивании закрыт крышкой. После этого бюкс взвешивают на аналитических весах. Берут на технических весах грубую навеску $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ около 1,5 г и помещают ее в бюкс, закрыть его крышкой и уточнить навеску на аналитических весах.

Высушивание. Перевернув крышку бюкса на ребро, поставьте его в сушильный шкаф, закройте дверцу шкафа и держите в нем бюкс около двух часов при температуре 120-1250С. По истечении этого времени переместите тигельными щипцами бюкс вместе с крышкой с эксикатор. Через 20 мин. Закройте бюкс крышкой и взвесьте на аналитических весах. Далее снова поставьте бюкс с солью в сушильный шкаф и поддержите его там около часа. Снова охладите в эксикаторе и взвесьте. Если второе взвешивание отличается от первого более чем на 0,0001 г, то высушивание необходимо продолжить до получения постоянной массы

Лабораторная работа 2. Определение бария в кристаллогидрате хлорида бария ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Цель: Определение содержания бария в предложенном образце $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ методом осаждения.

Реактивы: хлорида бария кристаллогидрат (0,5 г), 2 н соляная кислота, 2 н серная кислота.

Ион Ba^{2+} образует много труднорастворимых солей, однако наименее растворимой и поэтому пригодной в качестве осаждаемой формы является сульфат бария BaSO_4 ($\text{IP}=1,1 \times 10^{-10}$). Так как при прокаливании состав BaSO_4 не изменяется, то BaSO_4 является и весовой формой.

Осадок BaSO_4 является мелкокристаллическим и иногда проходит сквозь поры фильтра, что искажает результат анализа. Для получения более крупных кристаллов при осаждении его нужно повысить растворимость вещества, а для этого следует соблюдать следующие правила:

- а) навеску $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворить в большом объеме воды (сильно разбавить);
- б) раствор осадителя (2н H_2SO_4) также сильно разбавить водой;
- в) перед осаждением раствора соли и кислоты нагреть почти до кипения;
- г) осадитель приливать к раствору соли по каплям, постоянно перемешивая палочкой;
- д) фильтрование проводить не сразу, а по истечении нескольких часов (в это время проходит «созревание», укрупнение осадка).

При осаждении в таких условиях осадок получается более чистым, свободным от осажденных примесей. Практически полное осаждение иона бария достигается добавлением полуторного избытка осадителя.

Приступая к выполнению анализа, нужно внимательно прочитать ход анализа, приготовить и тщательно вымыть всю необходимую посуду: стаканы на 200 и 100 мл «с носиком», стеклянную палочку, стаканчик для взятия навески, воронку, фильтр типа «синяя лента» (мелкопористый беззольный), штатив с кольцом, фарфоровый тигель, эксикатор, промывалку с дистиллированной водой.

Доведение тигля до постоянной массы. Пустой фарфоровый тигель необходимо довести до постоянной массы: взвесить его на аналитических весах; поставить прокалывать в муфельную печь при температуре 600°C на один час; вынуть его тигельными щипцами, 15 мин охладить на воздухе на фарфоровой подставке, а потом поставить охлаждаться до комнатной температуры в эксикатор на 30 мин; взвесить снова тигель на тех же весах (тигель брать только щипцами); снова поставить его в печь на 15 мин, охладить таким же образом и взвесить. Массу тигля можно считать постоянной, когда результаты двух последних взвешиваний будут отличаться не более чем на 0,0002 г. Хранить тигель в эксикаторе.

Растворение навески и расчет объема осадителя. Взять навеску исходного вещества хлорида бария ($m(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$). Так как BaSO_4 - кристаллический осадок, то нужно взять около 0,5 г препарата (масса осадка BaSO_4 тоже будет около 0,5 г). Взвесить на аналитических весах сухой чистый стаканчик, поместить в него навеску массой 0,5 г (все взвешивания проводить на одних и тех же весах!). По разности масс стаканчика с солью и пустого стаканчика определить массу навески ($m(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$). Растворить навеску в 100 мл дистиллированной воды и количественно перенести в стакан (на 200 мл), добавить 3 мл 2н HCl . Рассчитать объем 2н раствора H_2SO_4 , необходимый для полного осаждения иона бария (≈ 2 мл). Увеличить объем в 1,5 раза: $2 \text{ мл} \times 1,5 = 3$ мл. Отмерить мерным цилиндром 3 мл 2н H_2SO_4 , перелить в стакан на 100 мл, разбавить дистиллированной водой 30 мл.

Осаждение иона бария. Осадить ион бария следующим образом:

- нагреть на электрической плитке почти до кипения стаканы с растворами хлорида бария и серной кислоты;
- приливать медленно по каплям по стеклянной палочке почти всю серную кислоту к раствору соли (всё время перемешивать, не касаясь дна и стенок стакана).

После добавления всего объема осадителя (по каплям — в случае осаждения кристаллических осадков и порциями — в случае аморфных) осадку дают отстояться и проверить полноту осаждения. Для этого к раствору, находящемуся над осадком, капельной пипеткой добавить каплю осадителя. Если в месте добавления капли раствор мутнеет, осаждение неполное и необходимо добавить новую порцию осадителя. При отсутствии помутнения полнота осаждения достигнута.

Накрыть стакан бумагой, наколов её на палочку (на бумаге написать свою фамилию и группу), оставить осадок до следующего занятия. Внимание! Палочку из стакана вынимать и класть на стол нельзя, так как к ней прилипли частицы осадка.

Фильтрация и промывание осадка. Отфильтровать осадок следующим образом: а) сложить вчетверо фильтр «синяя лента» и подогнать его к сухой воронке, (воронку подбирают с таким расчётом, чтобы фильтр не доходил до краёв её на 5-15 мм), так, чтобы он плотно подходил к стенкам, затем налить в него дистиллированной воды осторожно, чтобы не порвать фильтр. Если фильтр хорошо подогнан, то носик воронки заполнится водой и фильтрация будет проходить быстрее. Воронку с фильтром поместить в кольцо штатива и подставить под неё чистый стакан; б) потереть пальцем под «носиком» стакана с осадком (он не будет смачиваться водой, и капли фильтруемой жидкости по внешней стенке стакана стекать не будут). Осадок не взмучивать, осторожно по стеклянной палочке сливать прозрачный раствор на фильтр, заполняя его не более чем на 2/3. Поднимать стакан тоже по палочке, тогда раствор не будет проливаться на внешнюю сторону стакана. Стеклянная палочка должна находиться только над фильтром, или в стакане, нельзя дотрагиваться ею до фильтра. Таким образом, отфильтровать почти весь раствор с осадка, стараясь меньше взмучивать его.

Такой метод фильтрации и промывания осадка называется «декантацией». В процессе фильтрации необходимо проверить, не прошли ли частички осадка через поры фильтра. Для этого фильтрат в стакане раскрутить и посмотреть на тёмном фоне, если осадка в фильтрате нет, вылить его.

Затем необходимо промыть осадок от осадителя. Для этого применяют раствор 2н серной кислоты. Промывание проводят следующим образом: порцию промывной жидкости (10 мл.) приливают к осадку, затем осадок перемешивают, дают отстояться и отфильтровывают.

Высушивание и прокаливание осадка. Высушить фильтр в воронке в сушильном шкафу (15 мин при $t=1000^{\circ}\text{C}$) до слегка влажного состояния, свернуть его так, чтобы осадок оказался внутри, поместить в доведённый до постоянной массы тигель и поставить под тягу на электрическую плитку для обугливания (фильтр не должен гореть пламенем). Обугливание закончено, когда фильтр уже не дымит.

Поставить фильтр с осадком прокаливаться в муфельную печь на 1,5 ч. Остудить на воздухе на фарфоровой подставке 15 мин, а затем поместить на 30 мин в эксикатор.

Охлаждённый тигель взвешиваем. Поставить в печь ещё раз на 15 мин и снова взвесить охлаждённый тигель. (Внимание! Брать тигель только щипцами!)

Повторять прокаливание и взвешивание до постоянной массы. Все результаты взвешивания записывать в журнал. Найти массу BaSO_4 ($m(\text{BaSO}_4)$) по разности масс тигля с осадком и пустого тигля. Рассчитать содержание бария в % в исходной навеске, используя массу гравиметрической формы и F - фактор пересчёта, равный отношению молярных масс определяемого вещества (Ba) к молярной массе весовой формы (BaSO_4). В нашем случае $F = 137,3/233,4 = 0,5883$.

Задания для самостоятельной работы.

1. Проработка конспекта лекции по вопросам, позволяющим подготовиться к лабораторной работе, коллоквиуму, модульному тестированию, а также решение типовых качественных и расчётных задач для подготовки к контрольной работе.
2. Пользуясь дополнительной и справочной литературой, следует рассмотреть самостоятельно чувствительность гравиметрического анализа и ошибки в гравиметрии.

Тема 12. Титриметрический анализ на базе кислотно-основных взаимодействий. (ОПК-8)

Лекция.

Титриметрический анализ. Требования, предъявленные к реакции в титриметрическом анализе. Прямое и обратное титрование. Способы выражения концентрации растворов в титриметрии. Фиксаналы. Эквивалент. Молярная масса эквивалента. Точка эквивалентности. Индикаторы в кислотно-основном титровании. Теории индикаторов Оствальда и хромофорная. Интервал перехода окраски индикаторов. pK и pT индикаторов. Титрование раствора сильной кислоты сильным основанием. Расчет и вид кривой титрования. Влияние концентрации кислоты и щелочи. Выбор индикатора по виду кривой титрования. H^+ - и OH^- - ошибка титрования, их связь с природой индикатора. Титрование растворов слабых одноосновных кислот сильными основаниями. Расчет кривых титрования. Подбор индикатора кислотно-основного титрования и его связь с видом кривой титрования. Кислотная и щелочная ошибки титрования. Титрование смеси сильных кислот. Величины констант кислотности и возможность проведения титрования. Расчет и вид кривой титрования. Положение и величина скачка титрования. Расчет кривых титрования смеси слабых кислот. Титрование многоосновных кислот. Кривые титрования. Титрование растворов солей. Кривые титрования. Влияние различных факторов на вид кривых кислотно-основного титрования (Величины K_a , K_b , pH , $S_{\text{кислоты}}$, и $S_{\text{основания}}$).

Практическое занятие.

Решение задач. Использование концентрированной соляной кислоты, относящейся к таблице III, списка IV прекурсоров, оборот которых в Российской Федерации ограничен и в отношении которых устанавливаются меры контроля в соответствии с законодательством Российской Федерации и международными договорами Российской Федерации, регламентируются действующим законодательством и нормативными правовыми актами Университета.

Лабораторные работы.

Лабораторная работа 1. Приготовление и стандартизация раствора соляной кислоты.

Карбонатная жесткость воды.

Цель: отработать методику приготовления и стандартизации растворов для титриметрического метода анализа, определение карбонатной жёсткости воды.

Реактивы: концентрированная соляная кислота[1] ($\approx 2,5$ г или 2,2 мл), тетраборат натрия, индикатор метиловый оранжевый.

Опыт 1. Приготовление раствора соляной кислоты.

Готовят 250 мл приблизительно 0,1 н раствора HCl из концентрированной соляной кислоты.

Плотность концентрированной HCl измеряют, опустив ареометр в цилиндр с кислотой, и определяют по справочным данным ее массовую долю.

Необходимый объем концентрированной соляной кислоты переносят в мерную колбу на 250 мл и доводят в ней до метки (по нижнему краю мениска, так как жидкость смачивает стенки сосуда).

Опыт 2. Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия (буры).

При нейтрализации буры $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$ соляной кислотой протекает реакция:



Преимущество буры как исходного вещества заключается в высокой молярной эквивалентной массе (мЭ) соли в этой реакции: $M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}) = 381,42$ г/моль, $m\text{Э}(\text{буры}) = 190,71$.

Рассчитывают массу тетрабората натрия, необходимую для приготовления 100 мл 0,1 н раствора. В бюксе берут навеску буры и переносят количественно при помощи воронки в мерную колбу на 100 мл. Растворимость тетрабората натрия при комнатной температуре невелика, и навеска растворяется довольно медленно, поэтому используют горячую воду. Для растворения буры в колбу наливают примерно $\frac{1}{2}$ объема нагретой дистиллированной воды. Добившись полного растворения, колбу с тетраборатом охлаждают до комнатной температуры и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Вычисляют титр и нормальность приготовленного раствора буры, учитывая, что эти величины всегда должны иметь четыре значащих цифры.

Опыт 3. Определение титра и нормальности раствора соляной кислоты.

Пипеткой на 10 мл переносят в колбу для титрования раствор буры и добавляют 3 капли индикатора метилового оранжевого.

Перед титрованием бюретку промывают 2 раза небольшим количеством соляной кислоты и затем наполняют с помощью воронки, доводя мениск до нулевой черты. Проверив, нет ли в капиллярной трубке пузырьков воздуха, из бюретки извлекают воронку, и титруют до появления оранжевого окрашивания.

К раствору буры в колбе для титрования приливают из бюретки раствор соляной кислоты небольшими порциями при постоянном перемешивании содержимого колбы. Первое титрование считают ориентировочным; его делают только для приблизительной оценки объема кислоты, расходуемого на титрование. При первом титровании можно приливать кислоту порциями по 1 – 2 мл, чтобы установить границы, в которых происходит изменение цвета индикатора. Так, например, устанавливают, что после приливания 8 мл кислоты индикатор имеет еще красную окраску, а после прибавления еще 1 мл (то есть всего 9 мл) цвет индикатора становится оранжевым. Следовательно, точка эквивалентности лежит в пределах между 8 и 9 мл кислоты. Затем титрование повторяют. Теперь 8 мл кислоты можно прилить быстро, и только после этого следует прибавлять кислоту отдельными каплями, взбалтывая каждый раз раствор в колбе. В эквивалентной точке от одной капли происходит переход окраски метилового оранжевого.

Нормальность кислоты считают установленной правильно, если результаты трех последовательных титрований не расходятся более чем на 0,02 – 0,03 мл. Тогда для вычислений титра и нормальности кислоты берут среднее арифметическое из полученных результатов.

Опыт 4. Определение карбонатной жесткости воды.

Для определения карбонатной жесткости титруют некоторый объем воды рабочим раствором соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого.

Способ основан на предположении, что вода не содержит гидрокарбонатов других металлов.

Для определения отбирают пипеткой 100 мл исследуемой воды, приливают к ней 3 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до перехода окраски индикатора (раствора) из желтой в оранжевую.

Для выражения карбонатной жесткости в ммоль - эквивалентах в 1 л воды, ее рассчитывают по формуле: , ммоль-экв/л,

где $C_n(\text{HCl})$ – нормальность раствора соляной кислоты;

V – объем соляной кислоты, затраченной на титрование 100 мл анализируемой воды.

Лабораторная работа 2. Приготовление рабочего раствора гидроксида натрия. Титрование уксусной кислоты.

Цель: отработать методику приготовления и стандартизации раствора щелочи для титриметрического метода анализа, титрование слабой кислоты.

Реактивы: NaOH (тв.), 0,1 н щавелевая кислота, образец столового уксуса (6-9%), индикатор фенолфталеин

Опыт 1. Приготовление раствора гидроксида натрия.

Рассчитывают массу NaOH , необходимую для приготовления 250 мл 0,1 н раствора. Гидроксид натрия не обладает свойствами исходного вещества: он гигроскопичен и легко реагирует с углекислым газом воздуха. Поэтому NaOH всегда содержит меняющиеся количества влаги и карбонатов. Примесь Na_2CO_3 в растворе гидроксида натрия усложняет титрование с фенолфталеином.

Раствор NaOH , содержащий сравнительно мало карбонатов, готовят следующим образом. Отвешивают на технических весах гидроксид натрия в количестве, превышающем на 2 г необходимое для приготовления 250 мл 0,1 н раствора. Навеску помещают в стакан и быстро ополаскивают 2 - 3 раза небольшими порциями дистиллированной воды, которую выливают. Из оставшегося NaOH берут навеску массой 1,2 г, количественно переносят в колбу на 250 мл, и растворяют, доводя объем раствора до метки.

Приведенный способ основан на том, что CO_2 реагирует с гидроксидом натрия сначала только на поверхности. Тонкая корка соды, покрывающая сверху кусочек NaOH , при ополаскивании водой растворяется.

Опыт 2. Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты.

Стандартный 0,1 н раствор щавелевой кислоты готовят из фиксанала.

Опыт 3. Определение титра и нормальности раствора гидроксида натрия.

Для определения титра и нормальности раствора NaOH отбирают пипеткой 10 мл 0,1 н раствора щавелевой кислоты, прибавляют к нему 3 капли фенолфталеина и титруют гидроксидом натрия до появления не исчезающей при взбалтывании в течение 1 – 2 минут красной окраски. Проводят 3 – 4 параллельных титрования и для вычисления нормальности берут среднее из хорошо сходящихся результатов.

Опыт 4. Титрование уксусной кислоты.

Отбирают пипеткой 10 мл раствора уксусной кислоты неизвестной концентрации (приготовлен разбавлением столового уксуса) и переносят в колбу для титрования, затем прибавляют 3 капли фенолфталеина и титруют гидроксидом натрия до появления не исчезающей розовой окраски.

Вычисляют нормальную концентрацию анализируемого раствора и процентное содержание в нем уксусной кислоты.

Лабораторная работа 3. Определение гидроксида натрия и карбоната натрия при совместном присутствии.

Цель: отработать методику совместного определения щёлочи и карбоната (определение имеет важное практическое значение при контроле чистоты препаратов гидроксида натрия).

Реактивы: 0,1 н раствор тетрабората натрия, $\approx 10\%$ раствора соляной кислоты, анализируемой смеси NaOH и Na_2CO_3 (≈ 1 г), индикаторы фенолфталеин, метилоранж

Опыт 1. Определение нормальности рабочего раствора соляной кислоты.

Готовят 250 мл 0,1 н рабочего раствора HCl из $\approx 10\%$ раствора, затем уточняют его нормальность, титруя приготовленным раствором соляной кислоты 10 мл 0,1 н раствора буры (получен из фиксанала) в присутствии 3 капель метилового оранжевого.

Опыт 2. Титрование смеси гидроксида натрия и карбоната натрия.

Навеску анализируемой смеси NaOH и Na_2CO_3 массой 1 г помещают в мерную колбу на 250 мл, растворяют и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Отбирают пипеткой 20 мл раствора исследуемой смеси и переносят в колбу для титрования, добавляют 10 капель фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты от красной до почти бесцветной окраски.

Объем HCl, пошедший на титрование, отмеряют по бюретке и записывают. Затем прибавляют к оттитрованному раствору 3 капли метилового оранжевого (раствор окрашивается в желтый цвет), титруют последний из той же бюретки соляной кислотой до появления оранжевого окрашивания. Снова делают отчет по бюретке (от нулевого значения). Титрование повторяют 3 – 4 раза и из полученных результатов берут среднюю величину.

Обработка полученных результатов

При титровании исследуемого раствора с фенолфталеином оттитровывают весь гидроксид натрия и карбонат натрия до NaHCO_3 . После добавления метилового оранжевого дотитровывают гидрокарбонат натрия до $\text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$.

Если при титровании с фенолфталеином израсходовано $V_{\text{ф.ф.}}$ мл раствора HCl (оттитрован NaOH и $1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$), а с метиловым оранжевым – $V_{\text{м.о.}}$ мл соляной кислоты (оттитрован весь NaOH и Na_2CO_3), то на титровании половины карбоната натрия затрачено ($V_{\text{м.о.}} - V_{\text{ф.ф.}}$) мл HCl, а на весь Na_2CO_3 $2(V_{\text{м.о.}} - V_{\text{ф.ф.}})$ мл титранта. Следовательно, на титрование NaOH затрачено $V_{\text{м.о.}} - 2(V_{\text{м.о.}} - V_{\text{ф.ф.}})$ мл раствора HCl.

Найдя объемы растворов титранта, затраченные на нейтрализацию NaOH и Na_2CO_3 , вычисляют THCl/NaOH , и определяют массы гидроксида и карбоната натрия, содержащиеся в 20 мл анализируемого раствора, например

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{20 \text{ мл раствора}} = \times 2(V_{\text{м.о.}} - V_{\text{ф.ф.}}), \text{ г.}$$

Далее вычисляют, сколько граммов NaOH и Na_2CO_3 находится в 250 мл исследуемого раствора, и рассчитывают их процентное содержание.

[1] Использование концентрированной соляной кислоты, относящейся к таблице III, списка IV прекурсоров, оборот которых в Российской Федерации ограничен и в отношении которых устанавливаются меры контроля в соответствии с законодательством Российской Федерации и международными договорами Российской Федерации, регламентируются действующим законодательством и нормативными правовыми актами Университета.

Задания для самостоятельной работы.

Проработка конспекта лекции по вопросам, позволяющим подготовиться к лабораторной работе, коллоквиуму, модульному тестированию, а также решение типовых качественных и расчётных задач для подготовки к контрольной работе. Пользуясь дополнительной и справочной литературой следует рассмотреть следующие вопросы: индикаторы в кислотно-основном титровании, подбор индикатора кислотно-основного титрования и его связь с видом кривой титрования, величины констант кислотности и возможность проведения титрования, влияние различных факторов на вид кривых кислотно-основного титрования.

Тема 13. Окислительно-восстановительное титрование (ОПК-8)

Лекция.

Окислительно-восстановительное титрование. Методы редоксиметрии. Окислитель и восстановитель. Обращение их функций. Расчет и построение кривых титрования в редок-симетрии. Индикаторы редоксиметрического титрования.

Практическое занятие.

Решение задач²⁺.

Лабораторные работы.

Лабораторная работа 1. Приготовление титрованного рабочего раствора перманганата калия. Перманганатометрическое определение Fe (II) в соли Мора.

Цель: отработать методику прямого окислительно-восстановительного титрования, перманганатометрическое определение восстановленной формы железа.

Реактивы: 0,1 н щавелевой кислоты, 2 н серная кислота, контрольный раствор (соль Мора)

Опыт 1. Установка нормальности KMnO_4 по щавелевой кислоте.

Наиболее удобно проводить установку нормальности перманганата калия по щавелевой кислоте $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$. Для установки нормальности раствора KMnO_4 , его приливают к 10 мл 0,1 н щавелевой кислоты ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$ готовят из фиксанала), нагретой до 70 – 80 °С. Не следует нагревать раствор до кипения, так как это приводит к частичному разложению кислоты. К горячему раствору щавелевой кислоты перед титрованием добавляют 10 мл 2 н раствора H_2SO_4 .

При титровании приливают сначала несколько капель раствора KMnO_4 и ожидают, пока раствор обесцветится. Титрование считается законченным, когда от одной капли раствор окрашивается в бледно-розовый цвет, не исчезающий в течение

1 – 2 минут. Отсчет делений в бюретке производят по верхнему краю мениска.

Опыт 2. Перманганатометрическое определение железа (II) в соли Мора $((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \times \text{FeSO}_4 \times 6\text{H}_2\text{O})$.

Контрольный раствор, полученный в мерной колбе на 100 мл, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 10 мл полученного раствора переносят в колбу для титрования и добавляют 5 мл 2 н раствора H_2SO_4 . Без нагревания титруют раствором перманганата калия, нормальность которого определена (п. 1), до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 минуты.

Массу железа в полученной пробе определяют по формуле:

$$m(\text{Fe}^{2+}) = , \text{ г};$$

$$T(\text{KMnO}_4/\text{Fe}^{2+}) = [C_n(\text{KMnO}_4) \times m_{\text{Э}}(\text{Fe}^{2+})]/1000, \text{ г/мл}.$$

Лабораторная работа 2. Иодометрия.

Цель: отработать методику обратного окислительно-восстановительного титрования, иодометрическое определение окисленной формы меди.

Реактивы: 0,1 н раствора дихромата калия, 2 н серная кислота, 10 %-го раствор КJ, $\approx 0,1$ н раствор тиосульфата натрия, контрольный раствор Cu^{2+} , крахмал.

Опыт 1. Установка нормальности рабочего раствора тиосульфата натрия по дихромату калия.

В колбу для титрования пипеткой отбирают 10 мл 0,1 н раствора дихромата калия, затем добавляют 10 мл 10 %-го раствора КJ и 10 мл 2 н серной кислоты. Колбу накрывают часовым стеклом или листом плотной бумаги и ставят на 5 – 10 минут в темное место.

Бюретку заполняют раствором тиосульфата натрия. При титровании (жидкость в колбе непрерывно перемешивают) темно-бурый раствор светлеет и принимает желто-зеленую окраску. Затем приливают 1 мл крахмала и продолжают титрование до слабосинего окрашивания.

Опыт 2. Иодометрическое определение Cu^{2+} .

Контрольный раствор Cu^{2+} разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе на 50 мл и тщательно перемешивают. В колбу для титрования отбирают пипеткой 10 мл анализируемого раствора и добавляют по 10 мл 10 %-ного раствора КJ и 2 н H_2SO_4 . Колбу накрывают часовым стеклом или листом плотной бумаги и ставят в темное место на 5 – 10 минут для завершения реакции. После этого пробу титруют тиосульфатом натрия до соломенно-желтого окрашивания, прибавляют 1 мл крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

Задания для самостоятельной работы.

Проработка конспекта лекции по вопросам, позволяющим подготовиться к лабораторной работе, коллоквиуму, модульному тестированию, а также решение типовых качественных и расчётных задач для подготовки к контрольной работе. Пользуясь дополнительной и справочной литературой, следует самостоятельно рассмотреть индикаторы редоксиметрического титрования, их области применения, достоинства и недостатки отдельных представителей.

Тема 14. Комплексометрическое и осадительное титрование. (ОПК-8)

Лекция.

Осадительное титрование. Расчет и построение кривых титрования. Влияние растворимости соединений, концентрации определяемых ионов, температуры на характер кривых титрования. Индикаторы осаждения.

Комплексометрическое титрование. Принципы построения кривых титрования. Способы определения конечной точки титрования. Использование полидентатных лигандов. Использование трена, пептена и аминокполикарбоновых кислот в комплексометрии. Прямое и обратное комплексометрическое титрование. Образование и устойчивость комплексов. Селективность комплексометрического анализа. Кривые титрования 2-х металлов. Индикаторы комплексометрического титрования ионов магния и кальция и их смеси.

Практическое занятие.

Решение задач – нормальная концентрация раствора трилона Б; V_1 – объем рабочего раствора трилона Б, затраченный на титрование (мл); V – объем воды (мл), взятый для определения.

Лабораторные работы.

Лабораторная работа 1. Приготовление и установка титра раствора нитрата серебра по методу Мора. Определение Cl^- .

Цель: отработать методику прямого аргентометрического определения хлоридов, а также методику индикаторного определения точки эквивалентности в титровании по методу осаждения.

Реактивы: $NaCl$ (кр.), 5 %-го раствор K_2CrO_4 , $\approx 0,1$ н раствор нитрата серебра

Опыт 1. Приготовление раствора $NaCl$ по точной навеске.

На аналитических весах берут такую навеску хлорида натрия (х.ч.), чтобы при растворении ее в мерной колбе емкостью 250 мл получился приблизительно 0,1 н раствор, и вычисляют его точную (фактическую) нормальность. Можно также использовать соответствующий фиксаж $NaCl$.

Опыт 2. Установка титра раствора $AgNO_3$ и определение массы Cl^- в титруемом растворе.

В колбу для титрования отбирают 10 мл 0,1 н фиксажного раствора хлорида натрия прибавляют к нему 0,5 мл 5 %-ного раствора K_2CrO_4 и оттитровывают содержимое исследуемым раствором $AgNO_3$. При титровании перемешивают содержимое колбы, чтобы успевало устанавливаться адсорбционное равновесие. Титрование будет законченным, когда чисто желтый цвет жидкой фазы со взмученным в ней осадком приобретет от одной капли раствора нитрата серебра чуть-чуть красноватый оттенок (начало выпадения Ag_2CrO_4). Для повышения точности титрование повторяют 3 раза, находят величину нормальности раствора $AgNO_3$ и пересчитывают ее на $T(AgNO_3/Cl^-)$. Умножив эту величину на объем раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование, получают искомое количество грамм Cl^- в 10 мл титруемого раствора.

Лабораторная работа 2. Роданометрическое определение примеси $NaCl$ в техническом гидроксиде натрия.

Цель: отработать методику аргентометрического определения хлоридов по методу обратного титрования, а также методику индикаторного определения точки эквивалентности в титровании в методе осаждения.

Реактивы: 0,05 н раствор $NaCl$, 0,05 н раствор нитрата серебра, $\approx 0,05$ н раствор роданида аммония, концентрированная азотная кислота, железоаммонийные квасцы (насыщенный раствор), технический гидроксид натрия с примесью хлорида, фенолфталеин

Опыт 1. Установка точной концентрации раствора NH_4SCN .

Бюретку заполняют приготовленным раствором роданида аммония. В колбу для титрования вносят 10 мл раствора $AgNO_3$ известной концентрации, 50 мл воды, 3 капли концентрированной азотной кислоты (для предотвращения гидролиза), 1 мл насыщенного раствора $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (железоаммонийные квасцы), титруют раствором NH_4SCN и определяют его нормальность. Вблизи точки эквивалентности титруемый раствор становится оранжево-красным, в эквивалентной точке – коричнево-красным.

Опыт 2. Определение примеси хлорида натрия в техническом $NaOH$.

Навеску технического гидроксида натрия (около 1 г), взятую на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу на 100 мл, добавляют 50 мл воды и растворяют. После растворения вносят в колбу 2 капли фенолфталеина и столько 2 - 4 н раствора HNO_3 , сколько потребуется для нейтрализации $NaOH$, доливают водой до метки и тщательно перемешивая. Получился контрольный раствор.

В колбу для титрования отбирают 10 мл контрольного раствора, 10 мл раствора AgNO_3 , 1 мл индикатора (насыщенный раствор железоммонийных квасцов) и титруют роданидом аммония. В конце титрования происходит коагуляция коллоидного раствора роданида серебра и мутный раствор над осадком становится прозрачным. Поверхность осадка адсорбирует некоторое количество ионов Ag^+ , и окраска роданида железа появляется раньше достижения точки эквивалентности. Однако эта окраска исчезает, так как ионы серебра постепенно реагируют с роданидом. Титрование прекращают после появления не исчезающей при энергичном взбалтывании коричневатой-розовой окраски раствора вследствие образования комплекса: $\text{Fe}^{3+} + n\text{SCN}^- \rightarrow [\text{Fe}(\text{SCN})_n]^{3-n}$.

Расчет примеси NaCl (w, %) ведут по формуле:

Лабораторная работа 3. Определение общей жесткости воды комплексометрическим методом.

Цель: отработать методику комплексометрического титрования трилоном Б, проанализировать образцы воды на общую жесткость

Реактивы: 0,05 н раствор трилона Б, аммиачный буфер (готовят 20 %-ных растворов хлорида и гидроксида аммония), хромоген чёрный Т, образцы воды для анализа

Опыт 1. Приготовление аммиачной буферной смеси.

Готовят по 100 мл 20 %-ных растворов хлорида и гидроксида аммония, сливают их в мерную колбу на 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Опыт 2. Определение общей жесткости воды.

В колбу для титрования вносят 100 мл исследуемой воды и прибавляют 5 мл аммиачной буферной смеси. Затем приливают по каплям раствор индикатора хромогена черного до получения заметной, но не слишком темной винно-красной окраски раствора. После этого титруют 0,05 н раствором трилона Б до изменения окраски в синюю, иногда с зеленоватым оттенком.

Общую жесткость воды (Ca^{2+} и Mg^{2+} на 1 л) вычисляют по формуле:

$$J = \frac{V_1 - V_2}{V} \cdot C_N \cdot 1000, \text{ ммоль-экв/л},$$

где C_N – нормальная концентрация раствора трилона Б; V_1 – объем рабочего раствора трилона Б, затраченный на титрование (мл); V – объем воды (мл), взятый для определения.

По определенной общей жесткости воду классифицируют следующим образом: очень мягкая (до 1,5 ммоль-экв/л); мягкая (> 1,5 до 3,0 ммоль-экв/л); средняя (> 3,0 до 6,0 ммоль-экв/л); жесткая (> 6,0 до 10,0 ммоль-экв/л); очень жесткая (> 10,0 ммоль-экв/л).

Задания для самостоятельной работы.

Самостоятельная работа темы нацелена на проработку конспекта лекции по вопросам, позволяющим подготовиться к лабораторной работе, коллоквиуму, модульному тестированию. Самостоятельное решение типовых качественных и расчётных задач необходимо для подготовки к контрольной работе. Пользуясь дополнительной и справочной литературой, следует самостоятельно рассмотреть области практического применения осадительного и комплексометрического титрования.

Тема 15. Кинетические методы анализа. (ОПК-8)

Лекция.

Кинетические методы анализа. Типы и примеры реакций в кинетических методах. Ограничения методов. Чувствительность и селективность методов. Практическое выполнение анализа.

Практическое занятие.

Проводится в форме семинара.

Лабораторные работы.

Не предусмотрено

Задания для самостоятельной работы.

Целью самостоятельной работы является проработка конспекта лекции по вопросам, позволяющим подготовиться к коллоквиуму и модульному тестированию. Следует обратить особое внимание на методы фиксирования концентрации определяемого вещества в лабораторной и промышленной практике.

Тема 16. Электрохимические методы анализа (ОПК-8)

Лекция.

Электрохимические методы анализа. Общая характеристика метода. Электрохимическая цепь и ячейка. Индикаторный электрод и электрод сравнения. Потенциометрия и потенциометрическое титрование.

Вольтамперометрия. Ртутный электрод. Миграционный и диффузионный токи. Предельный ток. Поляризация. Уравнение Ильковича. Уравнение полярографической волны. Потенциал полуволны. Амперометрическое титрование. Вид кривых титрования. Кулонометрия. Законы Фарадея. Определение конечной точки титрования. Виды кривых титрования.

Практическое занятие.

Проводится в форме семинара.

Лабораторные работы.

Лабораторная работа. Потенциометрическое определение соляной кислоты в растворе.

Цель: отработать методику потенциометрического титрования на примере реакции нейтрализации.

Реактивы: 1 н раствор NaOH, раствор соляной кислоты (≈ 1 н).

Собирают установку для потенциометрического титрования (ячейка с исследуемым раствором, хлоридсеребряный электрод, агар-агаровый мостик, бюретка, хингидронный электрод, катодный вольтметр)

В стакан на 250 мл вносят 20 мл раствора соляной кислоты неизвестной концентрации и титруют его 1 н раствором NaOH, прибавляя в каждой точке титрования по 0,5 мл титранта и одновременно фиксируя потенциал раствора по катодному вольтметру. Титрование считают законченным, когда потенциал системы будет близок к нулю.

Строят кривую потенциометрического титрования, откладывая по оси абсцисс объем титранта, по оси ординат – E, В. По графику определяют VKTT, который используют для оценки $m(\text{HCl})$: $m(\text{HCl}) = (VKTT \times C_n(\text{NaOH}) \times 50 \times \Delta(\text{HCl})) / (20 \times 1000)$, по полученной $m(\text{HCl})$ вычисляют нормальную концентрацию раствора соляной кислоты

Лабораторная работа 2. Амперометрическое титрование Fe (II) раствором $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Цель: отработать методику амперометрического титрования на примере реакции окисления-восстановления.

Реактивы: 0,1 н раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 1 М раствор HCl, 50 мл раствора соли Fe (II).

Собирают установку для амперометрического титрования (выпрямитель переменного тока или универсальный источник питания, миллиамперметр, реостат, вольтметр, соединительные провода, электролитическая ячейка с платиновыми электродами, бюретка).

В электролитическую ячейку переносят по 20 мл анализируемого и фонового (1 М HCl) растворов. Бюретку заполняют 0,1 н раствором $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Электрическую цепь замыкают ключом и создают напряжение 1 В. Раствор титранта приливают к содержимому электролитической ячейки по 0,5 мл, каждый раз фиксируя ток по миллиамперметру. Так как электроактивным веществом в данном случае являются ионы Fe^{2+} , то титрование ведут до тех пор, пока не будет получено не менее четырех точек, соответствующих постоянной величине тока.

Строят кривую амперометрического титрования, откладывая по оси ординат силу тока, по оси абсцисс – объем титранта. Графическим способом определяют VKTT и рассчитывают $m(\text{Fe}^{2+})$:

Задания для самостоятельной работы.

Подготовка к лабораторной работе, коллоквиуму, контрольной работе и модульному тестированию. На самостоятельное изучение выносятся вопросы: электрохимическая цепь и ячейка, индикаторный электрод и электрод сравнения, законы Фарадея, практическое применение электрохимических методов анализа.

Тема 17. Спектральные методы анализа (ОПК-8)

Лекция.

Спектр электромагнитного излучения. Длина волны и волновое число. Спектры атомов и молекул. Энергия фотонов и энергетические переходы. Закон Бугера-Ламберта-Бэра. Его математическое выражение. Использование УФ-, ИК-и спектров видимой области в аналитической химии. Спектрофотометрический метод.

Инфракрасные спектры и строение химических соединений. Молекулярный коэффициент поглощения. Теория ИК-спектров и спектров комбинационного рассеяния. Применение инфракрасных спектров и спектров комбинационного рассеяния в аналитической химии. Флюоресцентный анализ. Масс-спектропия. Природа и вид масс-спектров. Эмиссионная спектропия. Виды эмиссионного спектрального анализа: визуальный, фотографический, фотоэлектрический. Происхождение эмиссионных спектров. Измерение длин волн спектральных линий. Качественный и количественный спектральный анализ. Методы количественного анализа. Метод ядерного магнитного резонанса. Ядерный протонный резонанс. Химический сдвиг. Виды спектров. ЯМР (ПМР). Спин-спиновое взаимодействие в ЯМР.

Практическое занятие.

Решение задач.

Лабораторные работы.

Лабораторная работа . Экспериментальная проверка закона Бугера-Ламберта-Бэра. Определение хрома в виде бихромата калия.

Цель: отработать методику фотометрического метода анализа, определения содержания вещества в смеси по методу построения калибровочной кривой. Количественное определение хрома в анализируемом растворе.

Реактивы: стандартный раствора бихромата калия (с концентрацией 8,481 мг/мл)

Опыт 1. Проверка выполнимости закона Бугера-Ламберта-Бэра.

Вариант 1. В мерную колбу на 100 мл отберите 5 мл стандартного раствора бихромата калия (с концентрацией 8,481 мг/мл), долейте до метки и тщательно перемешайте. Проведите определение оптической плотности полученного раствора последовательно в кюветах с разной толщиной поглощающего слоя (5, 10, 20, 30 и 50 мм) при длине волны 430 нм. В качестве раствора сравнения можно взять дистиллированную воду. Постройте график, откладывая по оси ординат значения оптической плотности (D), а на оси абсцисс – толщину поглощающего слоя в мм. Сделайте вывод о зависимости оптической плотности от толщины поглощающего слоя.

Вариант 2. В 7 мерных колб на 100 мл отберите соответственно 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 мл стандартного раствора бихромата калия. Доведите до метки дистиллированной водой и тщательно перемешайте. Последовательно проведите измерения оптической плотности растворов на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм и при длине волны 430 нм. В качестве раствора сравнения можно использовать дистиллированную воду. По полученным данным постройте калибровочный график в координатах D – концентрация $K_2Cr_2O_7$. Определите содержание хрома в растворе в мг.

$$m(Cr) = ,$$

Сделайте вывод о зависимости оптической плотности от концентрации раствора

Опыт №2. Определение хрома в виде бихромата.

Получите у преподавателя анализируемый раствор в мерной колбе на 100 мл. Доведите его до метки дистиллированной водой и тщательно перемешайте. Проведите определение оптической плотности полученного раствора в кювете с разной толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 430 нм. Пользуясь калибровочным графиком полученным в опыте №1 (вариант 2) определите концентрацию бихромата калия в анализируемом в растворе и содержание в нем хрома в мг. Рассчитайте абсолютную и относительную ошибку измерения.

Задания для самостоятельной работы.

Самостоятельная работа темы нацелена на проработку конспекта лекции по вопросам, позволяющим подготовиться к лабораторной работе, коллоквиуму, модульному тестированию. Самостоятельное решение типовых качественных и расчётных задач необходимо для подготовки к контрольной работе. Пользуясь дополнительной и справочной литературой, следует самостоятельно рассмотреть спектр электромагнитного излучения, обозначить области практического применения УФ-, ИК- и спектров видимой области в аналитической химии, метода ядерного магнитного резонанса и ядерного протонного резонанса.

Тема 18. ЭВМ в аналитической химии (ОПК-8)

Лекция.

Принцип работы ЭВМ. Программное обеспечение. Особенности и принципы использования ЭВМ в аналитической химии. Управление и сбор данных. Первичная обработка данных. Интерпретация данных: математическое моделирование аналитического процесса, математические модели объектов анализа.

Практическое занятие.

Проводится в форме семинара.

Лабораторные работы.

Не предусмотрено

Задания для самостоятельной работы.

Пользуясь дополнительной и справочной литературой, следует самостоятельно рассмотреть принцип работы ЭВМ, основные виды программного обеспечения.

4. Контроль знаний обучающихся и типовые оценочные средства

4.1. Распределение баллов:

3 семестр

- текущий контроль – 50 баллов
- контрольные срезы – 2 среза по 10 баллов каждый
- премиальные баллы – 10 баллов
- ответ на экзамене: не более 30 баллов

Распределение баллов по заданиям:

№ темы	Название темы / вид учебной работы	Формы текущего контроля / срезы	Макс. кол-во баллов	Методика проведения занятия и оценки
1.	Методологические аспекты и структура аналитической химии	Тестирование	5	Тест состоит из 10 вопросов. 1 правильный ответ-0,5 балла.
2.	Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки	лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
3.	Ионное произведение воды. Водородный показатель.	лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе

	Шкала pH и рОН. Буферные растворы. Буферная емкость	Тестирование	3	Тест состоит из 10 вопросов. 3 балла – студент правильно отвечает на 75-100% вопросов в тесте 2 балла – студент правильно отвечает на 50-74% вопросов в тесте 1 балл – студент правильно отвечает на 25-50% вопросов в тесте.
4.	Кислотно-основное равновесие. Гидролиз солей. Вывод аналитических зависимостей.	лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
		Тестирование	3	Тест состоит из 10 вопросов. 3 балла – студент правильно отвечает на 75-100% вопросов в тесте 2 балла – студент правильно отвечает на 50-74% вопросов в тесте 1 балл – студент правильно отвечает на 25-50% вопросов в тесте.
5.	Комплексообразование в аналитической химии.	лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
		Тестирование	3	Тест состоит из 10 вопросов. 3 балла – студент правильно отвечает на 75-100% вопросов в тесте 2 балла – студент правильно отвечает на 50-74% вопросов в тесте 1 балл – студент правильно отвечает на 25-50% вопросов в тесте.
		Коллоквиум(контрольный срез)	10	Коллоквиум сдается в устной форме по предварительно обозначенным теоретическим вопросам и максимально оценивается в 10 баллов: 9-10 баллов выставляется, если студент обнаружил всестороннее, систематическое и глубокое знание программного материала, умение свободно выполнять задания, предусмотренные программой, освоивший основную, и знакомый с дополнительной литературой. Ответ построен логично, материал излагается четко, ясно, хорошим языком, аргументировано, уместно используется информационный и иллюстративный материал (примеры из практики, таблицы, графики и т.д.). На вопросы отвечает кратко, аргументировано, уверенно, по существу. 8-7 баллов выставляется, если студент обнаружил достаточно глубокие знания программного материала, умение использовать ранее полученные знания с вновь приобретенными, применять их на практике. Ответ построен логично, материал излагается хорошим языком, привлекается информативный и иллюстрированный материал, но при ответе допускает некоторые погрешности. Вопросы, задаваемые преподавателем, не вызывают существенных затруднений 5-6 баллов: студент показывает не достаточный уровень знаний учебного и лекционного материала, не в полном объеме владеет практическими навыками, чувствует себя неуверенно при ответе на вопросы. В ответе не всегда присутствует логика, аргументы привлекаются недостаточно веские. На поставленные вопросы затрудняется с ответами, показывает недостаточно глубокие знания 0-4 баллов: студент показывает слабый уровень профессиональных знаний, затрудняется при анализе практических ситуаций. Не может привести примеры из реальной практики. Неуверенно и логически непоследовательно излагает материал. Неправильно отвечает на поставленные вопросы или затрудняется с ответом.

6.	Окислительно-восстановительные реакции в аналитической химии	Тестирование	3	Тест состоит из 10 вопросов. 3 балла – студент правильно отвечает на 75-100% вопросов в тесте 2 балла – студент правильно отвечает на 50-74% вопросов в тесте 1 балл – студент правильно отвечает на 25-50% вопросов в тесте.
		лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
7.	Закон действия масс в гетерогенных процессах. Растворимость, произведение растворимости	лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
		Тестирование	3	Тест состоит из 10 вопросов. 3 балла – студент правильно отвечает на 75-100% вопросов в тесте 2 балла – студент правильно отвечает на 50-74% вопросов в тесте 1 балл – студент правильно отвечает на 25-50% вопросов в тесте.
8.	Методы обнаружения и идентификации Хроматография	лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
		Тестирование	3	Тест состоит из 10 вопросов. 3 балла – студент правильно отвечает на 75-100% вопросов в тесте 2 балла – студент правильно отвечает на 50-74% вопросов в тесте 1 балл – студент правильно отвечает на 25-50% вопросов в тесте.
9.	Коллоидные системы в аналитической химии.	лабораторная работа	3	Запланировано выполнение 1 лабораторной работы. За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе

10.	Анализ смесей ионов. Анализ раствора химического соединения.	Коллоквиум(контрольный срез)	10	<p>Коллоквиум сдается в устной форме по предварительно обозначенным теоретическим вопросам и максимально оценивается в 10 баллов:</p> <p>9-10 баллов выставляется, если студент обнаружил всестороннее, систематическое и глубокое знание программного материала, умение свободно выполнять задания, предусмотренные программой, освоивший основную, и знакомый с дополнительной литературой. Ответ построен логично, материал излагается четко, ясно, хорошим языком, аргументировано, уместно используется информационный и иллюстративный материал (примеры из практики, таблицы, графики и т.д.). На вопросы отвечает кратко, аргументировано, уверенно, по существу.</p> <p>8-7 баллов выставляется, если студент обнаружил достаточно глубокие знания программного материала, умение использовать ранее полученные знания с вновь приобретенными, применять их на практике. Ответ построен логично, материал излагается хорошим языком, привлекается информативный и иллюстрированный материал, но при ответе допускает некоторые погрешности. Вопросы, задаваемые преподавателем, не вызывают существенных затруднений</p> <p>5-6 баллов: студент показывает не достаточный уровень знаний учебного и лекционного материала, не в полном объеме владеет практическими навыками, чувствует себя неуверенно при ответе на вопросы. В ответе не всегда присутствует логика, аргументы привлекаются недостаточно веские. На поставленные вопросы затрудняется с ответами, показывает недостаточно глубокие знания</p> <p>0-4 баллов: студент показывает слабый уровень профессиональных знаний, затрудняется при анализе практических ситуаций. Не может привести примеры из реальной практики. Неуверенно и логически непоследовательно излагает материал. Неправильно отвечает на поставленные вопросы или затрудняется с ответом</p>
		лабораторная работа	3	За лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
11.	Премияльные баллы		10	Дополнительные премияльные баллы могут быть начислены за постоянную активность во время лабораторных занятий – 10 баллов
12.	Ответ на экзамене		30	<p>10-17 баллов – студент раскрыл основные вопросы и задания билета на оценку «удовлетворительно»</p> <p>18-24 баллов – студент раскрыл основные вопросы и задания билета на оценку «хорошо»,</p> <p>25-30 баллов – студент раскрыл основные вопросы и задания билета на оценку «отлично».</p>
13.	Индивидуальные задания, с помощью которых можно набрать дополнительные баллы		50	<p>Домашняя контрольная работа (30 баллов). Представляет собой индивидуальное задание, состоящее из 6 расчётных задач повышенного уровня сложности. (5 баллов за каждую правильно решенную задачу).</p> <p>Тестирование (100 вопросов) по всему курсу семестра (50 баллов: 0,5 балла за каждый правильный ответ)</p>
14.	Итого за семестр		100	

4 семестр

- текущий контроль – 50 баллов
- контрольные срезы – 2 среза по 10 баллов каждый
- премияльные баллы – 10 баллов

- ответ на экзамене: не более 30 баллов

Распределение баллов по заданиям:

№ те мы	Название темы / вид учебной работы	Формы текущего контроля / срезы	Мах. кол-во баллов	Методика проведения занятия и оценки
1.	Гравиметрический анализ.	лабораторная работа	6	Запланировано выполнение 2 лабора-торных работ. За каждую лаборатор-ную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабора-торной работе
2.	Титриметрический анализ на базе кислотно-основных взаимодействий.	лабораторная работа	9	Запланировано выполнение 3 лабора-торных работ. За каждую лаборатор-ную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабора-торной работе
		коллоквиум(контрольный срез)	10	Коллоквиум сдается в устной форме по предварительно обозначенным теоретическим вопросам и максимально оценивается в 10 баллов: 9-10 баллов выставляется, если студент обнаружил всестороннее, систематическое и глубокое знание программного материала, умение свободно выполнять задания, предусмотренные программой, освоивший основную, и знакомый с дополнительной литературой. Ответ построен логично, материал излагается четко, ясно, хорошим языком, аргументировано, уместно используется информационный и иллюстративный материал (примеры из практики, таблицы, графики и т.д.). На вопросы отвечает кратко, аргументировано, уверенно, по существу. 8-7 баллов выставляется, если студент обнаружил достаточно глубокие знания программного материала, умение использовать ранее полученные знания с вновь приобретенными, применять их на практике. Ответ построен логично, материал излагается хорошим языком, привлекается информативный и иллюстрированный материал, но при ответе допускает некоторые погрешности. Вопросы, задаваемые преподавателем, не вызывают существенных затруднений 5-6 баллов: студент показывает не достаточный уровень знаний учебного и лекционного материала, не в полном объеме владеет практическими навыками, чувствует себя неуверенно при ответе на вопросы. В ответе не всегда присутствует логика, аргументы при-влекаются недостаточно веские. На поставленные вопросы затрудняется с ответами, показывает недостаточно глубокие знания 0-4 баллов: студент показывает слабый уровень профессиональных знаний, затрудняется при анализе практических ситуаций. Не может привести примеры из реальной практики. Неуверенно и логически непоследовательно излагает материал. Неправильно отвечает на поставленные вопросы или затрудняется с ответом
3.	Окислительно-восстановительное титрование	лабораторная работа	6	Запланировано выполнение 2 лабор-аторных работ. За каждую лабора-торную работу максимально начис-ляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического мате-риала к лабораторной работе
4.	Комплексонометрическое и осадительное титрование.	лабораторная работа	9	Запланировано выполнение 3 лабора-торных работ. За каждую лаборатор-ную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабора-торной работе

5.	Кинетические методы анализа.	Тестирование	3	Тест состоит из 10 вопросов. 3 балла – студент правильно отвечает на 75-100% вопросов в тесте 2 балла – студент правильно отвечает на 50-74% вопросов в тесте 1 балл – студент правильно отвечает на 25-50% вопросов в тесте.
		коллоквиум(контрольный срез)	10	Коллоквиум сдается в устной форме по предварительно обозначенным теоретическим вопросам и максимально оценивается в 10 баллов: 9-10 баллов выставляется, если студент обнаружил всестороннее, систематическое и глубокое знание программного материала, умение свободно выполнять задания, предусмотренные программой, освоивший основную, и знакомый с дополнительной литературой. Ответ построен логично, материал излагается четко, ясно, хорошим языком, аргументировано, уместно используется информационный и иллюстративный материал (примеры из практики, таблицы, графики и т.д.). На вопросы отвечает кратко, аргументировано, уверенно, по существу. 8-7 баллов выставляется, если студент обнаружил достаточно глубокие знания программного материала, умение использовать ранее полученные знания с вновь приобретенными, применять их на практике. Ответ построен логично, материал излагается хорошим языком, привлекается информативный и иллюстрированный материал, но при ответе допускает некоторые погрешности. Вопросы, задаваемые преподавателем, не вызывают существенных затруднений 5-6 баллов: студент показывает не достаточный уровень знаний учебного и лекционного материала, не в полном объеме владеет практическими навыками, чувствует себя неуверенно при ответе на вопросы. В ответе не всегда присутствует логика, аргументы при-влекаются недостаточно веские. На поставленные вопросы затрудняется с ответами, показывает недостаточно глубокие знания 0-4 баллов: студент показывает слабый уровень профессиональных знаний, затрудняется при анализе практических ситуаций. Не может привести примеры из реальной практики. Неуверенно и логически непоследовательно излагает материал. Неправильно отвечает на поставленные вопросы или затрудняется с ответом
6.	Электрохимические методы анализа	лабораторная работа	6	Запланировано выполнение 2 лабораторных работ. За каждую лабораторную работу максимально начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе
7.	Спектральные методы анализа	лабораторная работа	3	За лабораторную работу максимум начисляется 3 балла: 1 балл - выполнение; 1 балл – расчеты и оформление; 1 балл – защита теоретического материала к лабораторной работе

8.	ЭВМ в аналитической химии	доклад	3	Устное выступление студента по вопросам практического занятия с целью более обстоятельного освещения программного материала с привлечением наиболее современных исследований в области аналитической науки. 3 балла – студент грамотно выстраивает логику своего доклада, раскрывает тему исследования, опираясь на результаты теоретических и эмпирических исследований последних 3-5 лет. Грамотные ответы на дополнительные вопросы 2 балла - студент грамотно выстраивает логику своего доклада, раскрывает тему исследования, опираясь на результаты теоретических или эмпирических исследований современной науки, даны грамотные ответы на отдельные дополнительные вопросы 1 балл – ответ представляет собой простое зачитывание текста, отдельные ответы на дополнительные вопросы требуют уточнения
		Контроль ная работа	5	На письменную контрольную работу отводится 90 минут. Работа состоит в решении 5 расчетных задач по теме и максимально оценивается в 5 баллов (1 балл за каждую правильно решенную задачу).
9.	Премияльные баллы		10	Дополнительные премияльные баллы могут быть начислены за постоянную активность во время лабораторных занятий – 10 баллов
10.	Ответ на экзамене		30	10-17 баллов – студент раскрыл основные вопросы и задания билета на оценку «удовлетворительно» 18-24 баллов – студент раскрыл основные вопросы и задания билета на оценку «хорошо», 25-30 баллов – студент раскрыл основные вопросы и задания билета на оценку «отлично».
11.	Индивидуальные задания, с помощью которых можно набрать дополнительные баллы		50	Домашняя контрольная работа (30 баллов). Представляет собой индивидуальное задание, состоящее из 6 расчётных задач повышенного уровня сложности. (5 баллов за каждую правильно решенную задачу). Тестирование (40 вопросов) по всему курсу семестра (20 баллов: 0,5 балла за каждый правильный ответ)
12.	Итого за семестр		100	

Итоговая оценка по экзамену выставляется в 100-балльной шкале и в традиционной четырехбалльной шкале. Перевод 100-балльной рейтинговой оценки по дисциплине в традиционную четырехбалльную осуществляется следующим образом:

100-балльная система	Традиционная система
85 - 100 баллов	Отлично
70 - 84 баллов	Хорошо
50 - 69 баллов	Удовлетворительно
Менее 50	Неудовлетворительно

4.2 Типовые оценочные средства текущего контроля

доклад

Тема 18. ЭВМ в аналитической химии

1. Принцип работы ЭВМ, основные модули.
2. Программное обеспечение, используемое в аналитической практике.
3. Особенности и принципы использования ЭВМ в аналитической химии.

4. Управление и сбор данных. Первичная обработка данных. Интерпретация данных: математическое моделирование аналитического процесса, математические модели объектов анализа.

Коллоквиум

Тема 5. Комплексообразование в аналитической химии.

Коллоквиум № 1

1. Предмет аналитической химии. Методологические аспекты и структура аналитической химии. Квалификация чистоты вещества. Окраска пламени. Системы качественного анализа.
2. Закон действия масс с учетом постулата Гульдберга и Вааге.. Закон действия масс через уравнения для константы равновесия. Требования к скорости реакции и скорости достижения равновесия в аналитической химии. Количественные расчеты с использованием 3-на действия масс.
3. Ионное произведение воды. Водородный показатель. Шкала pH и pOH.
4. Буферные растворы. Буферная емкость.
5. Теория электролитической диссоциации С. Аррениуса. Смещение ионных равновесий в растворах слабых электролитов.
6. Теория сильных электролитов. Активность, коэффициент активности, ионная сила раствора. Приближения Дебая. Уравнение Девиса.
7. Гидролиз солей слабого основания и сильной кислоты. Степень и константа гидролиза. Вывод аналитических зависимостей.
8. Гидролиз солей сильного основания и слабой кислоты. Вывод аналитических зависимостей. Задачи по теме.
9. Гидролиз солей слабого основания и слабой кислоты. Вывод аналитических зависимостей.
10. Протолитическая теория Бренстеда-Лоури. Автопротолиз. Теория кислот и оснований Бренстеда-Лоури.
11. Неводные растворители. Система классификации растворителей Бренстеда-Лоури. Классификация растворителей Паркера. Апротонные диполярные растворители. Диполярные протонные растворители. Апротонные аполярные растворители.
12. Классификация комплексных соединений по характеру взаимодействия металл-лиганд. Внутри- и внешнесферные комплексы, гомо- и гетеролигандные, моно- и полидентатные. Многоядерные комплексы. Хелаты, внутрикомплексные соединения.
13. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости (ступенчатые и общие). Факторы, влияющие на комплексообразование: строение центрального атома и лиганда. Концентрация компонентов раствора, pH, ионной силы раствора. Важнейшие реагенты, применяемые в анализе для разделения, обнаружения, определения ионов металлов, маскировки.

Тема 10. Анализ смесей ионов. Анализ раствора химического соединения.

Коллоквиум № 2

1. Константа равновесия ОВР. Окислительно-восстановительный потенциал. Уравнение Нернста. Связь константы равновесия с окислительно-восстановительным потенциалом.
2. Основные неорганические и органические окислители и восстановители.
3. Закон действия масс в гетерогенных процессах. Точные и приближенные решения уравнений. Факторы осаждения.
4. Дробное осаждение. Взаимное превращение малорастворимых осадков. Учет коэффициента активности ионов при растворении электролитов.
5. Идентификация атомов, ионов, молекул и веществ. Дробный и систематический анализ. Микрористаллохимический и пирохимический анализ (окрашивание пламени, возгонка, образование перлов).
6. Методы разделения и концентрирования. Коэффициент распределения.
7. Хроматография. Адсорбционная хроматография, вытеснительная и ионообменная хроматография. Распределительная хроматография. Бумажная хроматография. Газовая и жидкостная хроматография.

8. Химические реакции, ведущие к образованию коллоидных систем. Мицелла и коллоидная частица. Правило Липатова.

9. Коагуляция и седиментация коллоидных систем. Пептизация осадка.

Тема 12. Титриметрический анализ на базе кислотно-основных взаимодействий.

1. Гравиметрический метод анализа. Достоинства и недостатки. Методы выделения, осаждения и отгонки в гравиметрическом анализе. Примеры.
2. Требования к форме осаждения и весовой форме. Отбор проб. Промывание осадка.
3. Кислотно-основное титрование. Общее представление. Эквивалент. Закон эквивалентов. Способы выражения концентрации растворов. Стандартные раствора.
4. Теории индикаторов кислотно-основного титрования (Оствальда и хромофорная). Интервал перехода окраски. pK и pT индикаторов. Метилоранж и фенолфталеин с точки зрения ионно-хромофорной теории индикаторов.
5. Расчет кривой титрования раствора сильной кислоты сильным основанием.
6. Расчет кривой титрования раствора слабой кислоты сильным основанием.
7. Титрование смеси сильной и слабой кислот сильным основанием.
8. Титрование многоосновной кислоты на примере H_3PO_4 . Кривая титрования.
9. Титрование раствора карбоната щелочного металла и раствора смеси щелочи и карбоната щелочного металла. Этапы титрования.
10. Влияние различных факторов на вид кривых титрования.
11. Ошибки кислотно-основного титрования (H^+ - ошибка, OH^- - ошибка, кислотная и щелочная ошибки).

Тема 15. Кинетические методы анализа.

1. Понятие об окислительно-восстановительном потенциале. Направление окислительно-восстановительной реакции. Константа равновесия окислительно-восстановительной реакции.
2. Кривая окислительно-восстановительного титрования.
3. Метод осаждения. Требования к реакциям в методе осаждения. Методы фиксации эквивалентной точки (индикаторные и безиндикаторные).
4. Кривая титрования по методу осаждения.
5. Общее понятие о комплексометрии и комплексонометрии. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексометрии. Важнейшие комплексоны.
6. Методы фиксирования эквивалентной точки в комплексонометрии. Индикаторы комплексонометрического титрования.
7. Условия проведения комплексонометрического титрования. Влияние pH . Селективность метода.
8. Теория кинетических методов анализа. Дифференциальные и интегральные методы анализа. Требования к индикаторным реакциям.
9. Способы определения неизвестной концентрации вещества (тангенсов, фиксированного времени, фиксированной концентрации). Каталитический и некаталитический варианты кинетических методов анализа.

Контрольная работа

Тема 18. ЭВМ в аналитической химии

Варианты контрольных работ:

Вариант № 1.

1. При анализе двух проб цинковой руды в первой из них, содержащей 1,5 % влаги, найдено 45,3 % цинка. Во второй, содержащей 0,67 % влаги, найдено 45,7 % цинка. Будут ли эти пробы различаться по содержанию в них цинка при одинаковой влажности.

2. Титр серной кислоты по гидроксиду натрия равен 0,005250 г/мл. Вычислить ее нормальность и титр по рабочему веществу.
3. Определить нормальность раствора нитрата серебра на основании следующих данных: на титрование 20,00 мл раствора, содержащего 2,3804 г хлорида калия в 250 мл, израсходовано 18,3 мл раствора нитрата серебра.
4. Определить ЭДС в гальваническом элементе $\text{Zn}/\text{Zn}^{2+}/\text{H}^+/\text{H}_2(\text{Pt})$, если и .
5. Определить толщину слоя окрашенного раствора, которая потребуется для ослабления интенсивности падающего потока света в 5 раз при коэффициенте молярного погашения, равном 0,054.

Вариант 2.

1. При анализе образца доломита найдено: содержание оксида углерода (IV) равно 46,66 %, оксида магния 22,07 %, оксида кальция 30,59 %, полуторных оксидов (Fe_3O_4 и Al_2O_3) 0,56 %, влаги 0,12 %. Каков процентный состав абсолютно сухого образца?
2. Вычислить титр 0,1 н раствора серной кислоты по гидроксиду натрия, кальцинированной соде и оксиду кальция.
3. Сколько граммов хлорида кальция содержится в 250 мл раствора, если на титрование 25,00 мл его затрачено 34,00 мл 0,1050 н раствора нитрата серебра?
4. Найти константу равновесия реакции $\text{AsO}_4^{3-} + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+ = \text{AsO}_3^{3-} + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$ и .
5. При прохождении светового потока через слой толщиной 2 см раствора интенсивность его уменьшилась на 32%. Определить интенсивность светового потока при прохождении через слой толщиной 5 см того же раствора.

Вариант 3.

1. В каменном угле найдено 5,3 % золы и 2,5 % влаги. Пересчитать на абсолютно сухое вещество.
2. Чему равен титр раствора серной кислоты, если для получения 3 л этого раствора взято 25 мл серной кислоты с плотностью 1,515 г/мл и массовой долей 61,54 %.
3. Навеска 1,52 г сульфата магния ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) растворена в мерной колбе емкостью 250 мл. На титрование 20,00 мл полученного раствора израсходовано 19,85 мл раствора трилона Б. Вычислить титр, нормальность и молярность раствора трилона Б.
4. Определить ЭДС гальванического элемента, составленного из медного и кадмиевого электродов, опущенных в растворы солей с активностями ионов металлов, равными 0,01 г/л. и
5. Рассчитать наименьшую концентрацию вещества, которую можно определить колориметрически, если известно, что молярный коэффициент погашения равен $1,25 \cdot 10^3$. Наименьшее значение оптической плотности при толщине слоя 3 см равно 0,02.

Вариант 4.

1. Из 1,3162 г сплава получено 0,1234 г оксида алюминия и 0,0267 г диоксида кремния. Сколько процентов алюминия и кремния в сплаве?
2. Вычислить индикаторную ошибку титрования 0,1 н раствора HCl 0,1 М раствором NaOH с метиловым красным ($\text{pT} = 5$).
3. Сколько мл 0,3 н раствора AgNO_3 надо прибавить к 200 мл 0,15 н раствора NaCl , чтобы полностью осадить ионы серебра?
4. Сколько процентов цинка содержится в сплаве, если на титрование цинка, содержащегося в 1 г сплава, затрачено 26,03 мл 0,0222 М раствора трилона Б.
5. Волновое число фотона равно 3500 см^{-1} . Найти частоту его колебаний.

Вариант 5.

1. Вычислить гравиметрические факторы: определяют Fe_2O_3 , получено FePO_4 ; определяют S получено BaSO_4 .

2. Какова нормальность 2,35 % раствора аммиака ($\gamma = 0,988$ г/мл) и сколько мл раствора необходимо для приготовления 2 л 0,2 н раствора
3. Каковы молярность, нормальность и титр по хлору раствора роданида аммония, если на титрование 10 мл этого раствора затрачено 12,00 мл 0,05 н раствора нитрата серебра.
4. Вычислить окислительно-восстановительный потенциал пары $\square\square\square\square 3+/\square\square\square\square 2+$ при концентрации ионов $\square\square\square\square 3+$, равной 0,2 моль-экв/л, а ионов $\square\square\square\square 2+$, равной 0,15 моль-экв/л. Условия стандарт $E\square\square\square\square 3+/\square\square\square\square 2+ = 0,77$ В.
5. Используемый раствор имеет оптическую плотность 0,5 при толщине поглощающего слоя 5 см. Концентрация растворенной соли составляет $2 \cdot 10^{-5}$ г в 90 мл раствора. Определить молярный коэффициент поглощения.

лабораторная работа

Тема 2. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 3. Ионное произведение воды. Водородный показатель. Шкала pH и pOH. Буферные растворы. Буферная емкость

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 4. Кисотно-основное равновесие. Гидролиз солей. Вывод аналитических зависимостей.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 5. Комплексообразование в аналитической химии.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 6. Окислительно-восстановительные реакции в аналитической химии

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 7. Закон действия масс в гетерогенных процессах. Растворимость, произведение рас-творимости.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 8. Методы обнаружения и идентификации. Хроматография.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 9. Коллоидные системы в аналитической химии.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 10. Анализ смесей ионов. Анализ раствора химического соединения.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

Тема 11. Гравиметрический анализ.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

1. Как устроены аналитические весы?
2. Какова сущность весовых определений а) по методу осаждения, б) по методу отгонки?
3. Чувствительность весов, от каких факторов она зависит и как выражается?
4. Погрешности анализа. Правильность и точность анализа. Абсолютная и относительная ошибки.
5. Чем руководствуются при вычислении величины навески? Примеры.
6. Условия, необходимые для достижения количественного осаждения определяемого иона.
7. Какие факторы влияют на чистоту осадка? Что такое соосаждение и каковы меры борьбы с ним в весовом анализе?
8. Чем руководствуются при выборе осадителя? Расчет количества осадителя.
9. Что называется осаждаемой формой, какие требования предъявляются к ней?
10. Какие цели преследует промывание осадков? Как выбрать промывную жидкость?
11. Что называется весовой формой? Какие требования предъявляются к весовой форме?
12. Что такое гравиметрический фактор? При каких расчетах его можно применять?
13. Погрешность анализа. Правильность и точность анализа. Абсолютная и относительная ошибки.
14. Почему при осаждении нужно брать избыток осадителя? Каким должен быть избыток?

Тема 12. Титриметрический анализ на базе кислотно-основных взаимодействий.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

1. Ацидиметрия и алкалиметрия. Их сущность и область применения.
2. Какие рабочие титрованные растворы используются в методе нейтрализации? Способы их приготовления.
3. Какое положение занимает на кривой титрования скачок титрования? Что такое рТ индикатора?
4. На примере метилового оранжевого объяснить механизм окраски индикатора с точки зрения ионно-хромовой теории.
4. Интервал перехода окраски индикатора. Зависимость цвета индикаторов от соотношения их молекулярной и ионной формы. Показатель титрования.
5. Исходные титрованные растворы, применяемые в методе нейтрализации. Исходные вещества.
6. Какую окраску будет иметь лакмус и фенолфталеин в растворах с рН, равным: 7; 8,5 и 11?
7. Особенности титрования слабых кислот сильными основаниями и слабых оснований сильными кислотами. Какие индикаторы пригодны для этих титрований?
8. Влияние области интервала перехода индикатора на величину ошибки титрования. Приведите примеры.
9. Почему при титровании раствора гидроксида калия хлороводородной кислотой в ряде случаев получают различные результаты при употреблении в качестве индикатора метилового оранжевого и фенолфталеина?
10. Зависимость величины скачка титрования от константы диссоциации титруемой слабой кислоты (слабого основания).
11. Какое практическое значение имеет совместное титрование щелочи и карбоната щелочного металла?
12. Объясните наличие двух точек эквивалентности при титровании смеси щелочи и карбоната щелочного металла. Поясните выбор индикаторов.

Тема 13. Окислительно-восстановительное титрование

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

1. Зависимость течения реакции окисления перманганатом от концентрации ионов водорода в растворе. Определить эквивалент перманганата калия в кислой, нейтральной и щелочной среде.
2. Почему раствор перманганата калия необходимо отделить от осадка оксида марганца (IV) и защищать от действия света?
3. Какие вещества используются для установки титра перманганата калия?
4. Как определяют окислители и восстановители методом перманганатометрии? Приведите примеры.
5. Почему при титровании щавелевой кислоты перманганатом первые капли раствора его обесцвечиваются медленно? Объясните механизм гомогенного катализа.
6. Рассчитайте эквивалентную массу железа в соли Мора при взаимодействии ее с перманганатом калия в кислой среде.
7. Какие восстановители окисляются свободным иодом? Как готовят рабочий раствор иода?
8. Рассчитайте эквивалент тиосульфата натрия в реакции со свободным иодом.
9. Какие окислители можно определить методом иодометрии?
10. Почему при иодометрическом определении окислителей берут избыток иодида калия?
11. Приведите уравнения реакций, лежащие в основе иодометрического определения меди. Объясните направление реакции взаимодействия ионов меди (II) с иодид-ионами.
12. Каковы условия, которые необходимо соблюдать при иодометрических измерениях?
13. Как вычислить потенциал в точке эквивалентности при окислительно-восстановительном титровании, исходя из стандартных окислительно-восстановительных потенциалов?

Тема 14. Комплексонометрическое и осадительное титрование.

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

1. Сущность безиндикаторного метода определения бромидов и хлоридов раствором нитрата серебра.
2. Какие вещества определяются методом Мора? Какого типа индикатор применяется в этом методе?
3. Адсорбционные явления, наблюдаемые при титровании по методу осаждения.
4. На чем основано применение адсорбционных индикаторов? Примеры.
5. В какой среде хромат калия используется как индикатор?
6. Какие вещества определяются по методу Фольгарда? Дайте сравнительную характеристику методов Мора и Фольгарда.
7. Какие рабочие растворы и индикаторы применяются по методу Фольгарда?
8. Роданометрия, ее сущность и область применения. Методика роданометрических определений. Основные уравнения реакции.
9. Комплексоны. Их применение.
10. Метод определения общей жесткости воды с помощью комплексона III. Значение pH раствора при определении жесткости.
11. Характеристика комплексона III. Какие вещества используются для установки его титра.
12. Каковы преимущества внутрикомплексных соединений для осаждения металлов. Примеры.
13. Какова классификация воды по жесткости?

Тема 16. Электрохимические методы анализа

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

1. Какие способы измерения потенциала существуют?
2. Что такое равновесный потенциал? Как нужно проводить измерение потенциала индикаторного электрода, чтобы его величину можно было принять равной равновесному?
3. Опишите разновидности потенциометрического титрования. На основании чего в них определяется эквивалентная точка?
4. В чем состоит сущность потенциометрического титрования? Каковы его преимущества?

5. Какие требования предъявляются к реакциям, используемым в потенциометрии?
6. На каком принципе основана классификация ионоселективных электродов?
7. Какие общие свойства мембран, используемых для изготовления ионоселективных электродов?
8. Что характеризует коэффициент селективности ионоселективного электрода?
9. Чем обусловлена высокая селективность твердых кристаллических мембран?
10. Опишите химизм процессов происходящих на хингидронном электроде.
11. Чем определяется вид кривой амперометрического титрования?
12. Каковы преимущества метода амперометрического титрования перед прямой вольтамперометрией?

Тема 17. Спектральные методы анализа

Студент должен сдать отчет по лабораторной работе, включающий оформление (запись наблюдений, расчеты, уравнения реакций, выводы) и ответить на контрольные вопросы

1. Какова сущность колориметрии? Области ее применения.
2. Преимущества и недостатки колориметрического анализа перед весовым и объемным.
3. Реакции каких типов используют в колориметрии для получения окрашенных растворов? Приведите примеры.
4. Сущность метода стандартных серий.
5. Какие условия необходимо соблюдать, сравнивая окраску по методу визуальной колориметрии.
6. Какова сущность фотоколориметрических измерений?

Тестирование

Тема 1. Методологические аспекты и структура аналитической химии

1. Все вещества по ГОСТУ делятся на несколько классов по чистоте, какой из продуктов наиболее чистый?
 - (а) Т;
 - (б) Ч;
 - (в) ЧДА;
 - (г) Х.Ч.;
 - (д) «О.Ч.» .
2. В какой цвет окрашивают пламя соли бария?
 - (а) зеленый.
 - (б) карминово-красный.
 - (в) желтый.
 - (г) голубой.
3. Какой анализ называют полумикроанализом по масштабам аналитического эксперимента?
 - (а) масса от 1 до 10г, объем – от 10 до 100 мл.
 - (б) масса от 0,05 до 0,5 г, объем – от 2 до 10 мл.
 - (в) масса от 10-3 до 10-6 г, объем – от 0,1 до 10-4 мл (5 – 2,5 капли).
 - (г) масса от 10-6 до 10-9 г, объем – от 10-4 до 10-6 мл;
 - (д) масса от 10-9 до 10-12 г, объем – от 10-7 до 10-11 мл.
4. Как называют систему анализа, в которой оценивают отношение катионов и анионов к соляной, серной, уксусной кислоте и щелочам. Все катионы делят на 6 групп, анионы – на 3 группы?
 - (?) Сероводородный (сульфидный).
 - (!) Кислотно – основной метод.
 - (?) Аммиачно - фосфатный метод.

(?) Ацетатный метод.

5. Как называют метод, позволяющий анализировать индивидуальные химические соединения, характеризующиеся определенным молекулярным весом?

- (а) элементным анализом.
- (б) функциональным анализом.
- (в) молекулярным анализом.
- (г) фазовым анализом.

6. Как определить чувствительность базовой реакции?

- (а) по изменению тепло- электропроводности, рН, окраски раствора и т.д.
- (б) по наименьшему количеству искомого вещества, которое может быть обнаружено данным реактивом в капле раствора.
- (в) по наличию ошибок и их величине.

7. Что характеризует предельное разведение?

- (а) минимальное число микрограммов вещества g в 1 мл раствора.
- (б) открываемый минимум.
- (в) максимальный объем раствора, в котором еще можно определить (открыть) 1 грамм обнаруживаемого вещества.

8. Какие требования предъявляются к базовым реакциям?

- (а) реакции должны быть быстрыми и необратимыми.
- (б) реакции должны быть обратимыми.
- (в) реакции не должны быть быстрыми.
- (г) реакции не должны быть быстрыми и необратимыми.

9. Для какого анализа характерны следующие преимущества?

- Искомый ион обнаруживают в любой последовательности в отдельных пробах.
- Исключается процесс выпаривания и прокаливания.
- Исключается промывание осадка, т.к. обычно анализируют фильтрат.
- (а) систематический;
- (б) дробный;
- (в) фазовый;
- (г) молекулярный.

10.

Тема 3. Ионное произведение воды. Водородный показатель. Шкала рН и рОН. Буферные растворы.
Буферная емкость

1. Чему равно ионное произведение воды?

- (а) $KW = [H^+][OH^-]$;
- (б) $KW = [H^+]^2$;
- (в) $KW = [H^+]^2[OH^-]$;
- (г) $KW = [H^+]$.

2. Что такое рН?

- (а) $[H^+]$;
- (б) $-\lg[H^+]$;
- (в) $\lg[H^+]$;
- (г) $\lg[OH^-]$.

3. Чему равен pH в нейтральной среде?

- (а) 0;
- (б) < 7 ;
- (в) < 7 ;
- (г) 7.

4. Как используются буферные смеси?

- (а) Буферные смеси поддерживают значение pH в определенных пределах при введении кислоты или щелочи в раствор.
- (б) Буферные смеси применяют для разбавления раствора.
- (в) Буферные смеси применяют для создания определенной концентрации соли.
- (г) Буферные смеси применяют для создания определенной концентрации кислоты.

5. Какую смесь не используют в качестве буферной смеси?

- (а) CH_3COOH и CH_3COONa ;
- (б) NH_4OH и NH_4Cl ;
- (в) NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4 ;
- (г) хромовая смесь.

6. Что такое буферная емкость?

- (а) количество моль-эквивалентов сильной кислоты или сильной щелочи, которое нужно ввести в 1 литр буферного раствора, чтобы изменить водородный показатель на единицу;
- (б) количество эквивалентов сильной кислоты или сильной щелочи, которое нужно ввести в 1 литр буферного раствора, чтобы изменить водородный показатель на единицу;
- (в) количество моль сильной кислоты или сильной щелочи, которое нужно ввести в 1 литр буферного раствора, чтобы изменить водородный показатель на два;
- (г) количество моль сильной щелочи, которое нужно ввести в 1 литр буферного раствора, чтобы изменить водородный показатель на единицу.

7. Какая буферная смесь представляет наибольшую ценность?

- (а) с минимальной буферной емкостью;
- (б) с максимальной буферной емкостью;
- (в) с нулевой буферной емкостью;
- (г) с постоянной буферной емкостью.

8. При добавлении к кислому буферу небольшого количества сильного основания его pH меняется незначительно, т. к

- а) Сильное основание нейтрализуется солью
- б) Слабая кислота нейтрализуется слабым основанием
- в) Сильное основание нейтрализуется сильной кислотой
- г) Сильное основание нейтрализуется слабой кислотой

9. При добавлении к щелочному буферу немного сильной кислоты его pH

- а) незначительно уменьшается
- б) Не меняется
- в) незначительно увеличивается
- г) значительно увеличивается

10. Чему равно значение pH 0,01M раствора HNO_3 ?

- а) 2
- б) 1
- в) 10

г) 12

Тема 4. Кислотно-основное равновесие. Гидролиз солей. Вывод аналитических зависимостей.

1. Какое из положений теории Аррениуса «Электролитическая диссоциация слабых электролитов» не верно?

- (а) При растворении электролитов в воде число частиц в растворе оказывается больше числа исходных молекул.
- (б) Образующиеся при распаде молекул частицы заряжены, но суммарный заряд раствора (всех частиц) равен нулю, т.е. число положительных зарядов равно числу отрицательных зарядов.
- (в) Отрицательно заряженные ионы (катионы) движутся к положительно заряженному электроду – катоду, а положительно заряженные анионы – к отрицательно заряженному электроду – аноду.
- (г) Все вещества не полностью распадаются на ионы.

2. Какое выражение применимо для описания электролитической диссоциации карбоната аммония?

- (а) $K_p = \frac{m \cdot m \cdot C_m^{+n} \cdot a_m^{+n} \cdot n \cdot n}{C(1 - a)}$.
- (б) $K_p = \frac{C a^2}{(1 - a)}$.
- (в) $K_p = \frac{m \cdot n \cdot C_n^{+n} \cdot a_m^{+n} \cdot n \cdot m}{C(1 - a)}$.
- (г) $K_p = \frac{m \cdot m \cdot C_m^{+n} \cdot a_m^{+n} \cdot n \cdot n}{C a}$.

3. В какую сторону смещается равновесие при введении одноименного иона (той же природы, что и образуется при диссоциации)?

- (а) равновесие смещается в сторону диссоциированной формы.
- (б) равновесие смещается в сторону недиссоциированной формы.
- (в) равновесие не смещается.
- (г) равновесие смещается только в случае вывода продуктов электролитической диссоциации из сферы реакции (раствора).

4. Что такое активность?

- (а) действительная концентрация, которая может быть равна концентрации в разбавленных растворах, а в концентрированных - может изменяться в большую или меньшую сторону.
- (б) действительная концентрация, которая не может быть равна концентрации сильного электролита.
- (в) действительная концентрация, которая может быть равна концентрации в разбавленных растворах.
- (г) действительная концентрация, которая в концентрированных растворах не может изменяться в большую или меньшую сторону.

5. Чему соответствует f в уравнении ?

- (а) фактору эквивалентности.
- (б) фактору неоттитрованности.
- (в) коэффициенту активности.
- (г) означает функциональную зависимость активности от концентрации.

6. Какой из перечисленных факторов не влияет на константу гидролиза соли, образованной слабым основанием и слабой кислотой?

- (а) природа катиона и аниона;
- (б) K_a и K_b ;
- (в) температура;
- (г) концентрация соли.

7. Как влияет разбавление раствора на степень гидролиза соли сильного основания и слабой кислоты?

- (а) уменьшает;
- (б) увеличивает;
- (в) не влияет.

8. Какие виды растворителей предусматривает классификация Бренстеда-Лоури?

- (а) апротонные и протолитические;
- (б) водные и неводные;
- (в) летучие и нелетучие;
- (г) гидрофобные и гидрофильные.

9. На какие виды подразделяются протолитические растворители?

- (а) амфипротные, протогенные и водные;
- (б) амфипротные, протогенные, протофильные;
- (в) протогенные, протофильные и неводные;
- (г) протогенные, протофильные и смешанные.

10. Какой растворитель следует предпочесть, чтобы продифференцировать силу очень слабых кислот и очень слабых оснований?

- (а) апротонный;
- (б) протофильный;
- (в) амфипротный;
- (г) апротонный аполярный.

Тема 5. Комплексообразование в аналитической химии.

1. желтая кровавая соль – является характерным реактивом для:

- а) Mn^{2+}
- б) Fe^{3+}
- в) Al^{3+}
- г) K^{+}

2. Определите заряд x комплексного иона $[Fe(CN)_6]X$, в котором железо проявляет степень окисления $+3$?

- а) $+2$
- б) $+3$
- в) $+1$
- г) -3

3. Красная кровавая соль $K_3[Fe(CN)_6]$ является реагентом для определения в растворе

- а) Cu^{2+}
- б) Fe^{2+}
- в) Pb^{2+}
- г) Ba^{2+}

4. Катионным комплексом является

- а) $[Ag(NH_3)_2]Cl$
- б) $Na_3[Al(OH)_6]$
- в) $K_4[Fe(CN)_6]$
- г) $Na_2[Cu(OH)_4]$

5. В роли комплексообразователя могут выступать

- а) атом H ;
- б) ион Fe^{2+} ;

в) ион H^- ;

г) атом Ar

6. При образовании координационной связи комплексообразователь выступает в роли

а) донора электронной пары;

б) акцептора электронной пары;

в) носителя отрицательного заряда;

г) источника неспаренных электронов

7. Какой из перечисленных ионов маскирует трифосфат натрия?

а) Bi^{3+} ;

б) Fe^{2+} ;

в) Cu^{2+} ;

г) Hg^+ .

Тема 6. Окислительно-восстановительные реакции в аналитической химии

I. Тест по теме.

1. Какое понятие используется для определения направления протекания окислительно-восстановительной реакции?

(?) константа гидролиза;

(?) константа диссоциации;

(?) ионное произведение воды;

(?) понятие окислительно-восстановительного потенциала.

2. Какое уравнение выражает зависимость О-В потенциала данной пары окислитель-восстановитель от концентрации окислителя и восстановителя? (!) уравнение Нернста;

(?) уравнение Аррениуса;

(?) уравнение Дэвиса;

(?) закон действия масс.

3. Какие потенциалы называют нормальными?

(?) потенциалы, измеренные в паре с водородным электродом, при концентрации (активности) ионов, равной 1 и температуре 250°C ;

(?) потенциалы, измеренные в паре с каломельным электродом, при концентрации (активности) ионов, равной 1 и температуре 250°C ;

(?) потенциалы, измеренные в паре с водородным электродом, при концентрации (активности) ионов, равной 1 и температуре 00°C ;

(?) потенциалы, измеренные в паре с платиновым электродом, при концентрации (активности) ионов, равной 1 и температуре 200°C .

4. Какой процесс протекает на катоде?

(?) окисление;

(?) восстановление;

(?) растворение;

(?) комплексообразование.

5. В каком направлении протекают окислительно-восстановительные реакции в растворах?

(?) окислителем является окисленная форма, окислительно-восстановительный потенциал (ОВП) которой больше, а восстановителем — восстановленная форма пары, окислительно-восстановительный потенциал которой меньше;

(?) окислителем является окисленная форма, окислительно-восстановительный потенциал которой меньше, а восстановителем — восстановленная форма пары, окислительно-восстановительный потенциал которой больше;

- (?) окислительно-восстановительный потенциал окислителя и восстановителя одинаковы.
- (?) ничего из перечисленного.

6. Какие положения используются в методе полуреакций?

- (?) закон сохранения массы вещества и принцип электронейтральности;
- (?) приближение Дебая;
- (?) теория Аррениуса;
- (?) уравнение Гугена.

7. Как уравнивают число атомов всех элементов левой и правой части ионно-молекулярного уравнения каждой из полуреакций, если исходный ион или молекула содержат больше атомов кислорода, чем продукт реакции в кислой среде?

- (?) связывают ионами H^+ в молекулы воды;
- (?) связывают молекулами воды в группы OH^- ;
- (?) компенсируется за счет молекул воды;
- (?) за счет ионов OH^- .

8. Как уравнивают число атомов всех элементов левой и правой части ионно-молекулярного уравнения каждой из полуреакций, если исходный ион или молекула содержат больше атомов кислорода, чем продукт реакции в нейтральной и щелочной среде?

- (?) связывают ионами H^+ в молекулы воды;
- (?) связывают молекулами воды в группы OH^- ;
- (?) компенсируется за счет молекул воды;
- (?) за счет ионов OH^- .

9. Как уравнивают число атомов всех элементов левой и правой части ионно-молекулярного уравнения каждой из полуреакций, если исходный ион или молекула содержат недостаток атомов кислорода, чем продукт реакции в нейтральной и кислой среде?

- (?) связывают ионами H^+ в молекулы воды;
- (?) связывают молекулами воды в группы OH^- ;
- (?) компенсируется за счет молекул воды;
- (?) за счет ионов OH^- .

10. Как уравнивают число атомов всех элементов левой и правой части ионно-молекулярного уравнения каждой из полуреакций, если исходный ион или молекула содержат недостаток атомов кислорода, чем продукт реакции в щелочной среде?

- (?) связывают ионами H^+ в молекулы воды;
- (?) связывают молекулами воды в группы OH^- ;
- (?) компенсируется за счет молекул воды;
- (?) за счет ионов OH^- .

Тема 7. Закон действия масс в гетерогенных процессах. Растворимость, произведение рас-творимости.

1. Цвет осадка PbS ?

- а) белый
- б) жёлтый
- в) красный
- г) чёрный

2. Белый, творожистый осадок в растворе образует?

- а) $Cu(OH)_2$
- б) $AgCl$

в) $K_3[Fe(CN)_6]$

г) AgI

3. $PR\ Al(OH)_3$ РАССЧИТЫВАЕТСЯ ПО УРАВНЕНИЮ:

а) $PR = [Al^{3+}] [OH^-]^3$

б) $PR = [Al^{3+}]^3 [OH^-]$

в) $PR = [Al^{3+}] + 3[OH^-]$

г) $PR = [Al^{3+}] + [OH^-]^3$

4. Растворимость хлорида серебра в присутствии нитрата натрия...

а) повысится понизится

б) не изменится

в) сначала понизится, а потом повысится

г)

5. Для каких веществ уменьшение pH от 8 до 2 приведёт к заметному изменению растворимости?

а) иодид серебра

б) карбонат бария

в) силикат натрия

г) сульфат бария

6. Укажите осадки, растворимые в растворе NH_3

а) $Fe(OH)_3$

б) $AgCl$

в) $Cu(OH)_2$

г) $BaSO_4$

7. Насыщенным является раствор...

а) в котором достигнута предельная растворимость вещества

б) находящийся в равновесии с осадком

в) в котором не достигнута предельная растворимость вещества

д) полученный путём растворения осадка

8. Растворимость вещества при данных условиях – это...

а) концентрация вещества в насыщенном растворе

б) концентрация вещества в растворе

в) масса вещества в объёме раствора

г) масса вещества в массе растворителя

9. Произведение растворимости (ПР) характеризует растворимость

а) малорастворимого сильного электролита

б) малорастворимого неэлектролита

в) любого малорастворимого вещества

г) малорастворимого слабого электролита

10. Осадок выпадет, если...

а) ионное произведение больше ПР

б) ионное произведение меньше ПР

в) ионное произведение равно ПР

г) раствор станет насыщенным

Тема 8. Методы обнаружения и идентификации. Хроматография.

1. С помощью дробного анализа

а) можно обнаружить ион с помощью специфических реакций в отдельных порциях анализируемого раствора, проводимых в любой последовательности

- б) можно обнаруживать ион в отдельной порции анализируемого раствора, не считаясь с присутствием других ионов
- в) позволяет определить ион при последовательности выполнения аналитических реакций, при которой каждый ион обнаруживают только после того, как будут обнаружены и удалены другие ионы
- г) можно обнаружить ион с помощью специфических реакций даже в случаях, когда в растворе находятся посторонние ионы, мешающие анализу}

2. Систематический анализ

- а) позволяет определить ион при последовательности выполнения аналитических реакций, при которой каждый ион обнаруживают только после того, как будут обнаружены и удалены другие ионы
- б) можно обнаружить ион с помощью специфических реакций в отдельных порциях анализируемого раствора, проводимых в любой последовательности
- в) позволяет обнаружить ион с помощью строго определённой последовательности специфических реакций в случаях, когда в растворе находятся посторонние ионы, мешающие анализу
- г) позволяет обнаружить ион с помощью любой последовательности специфических реакций в случаях, когда в растворе находятся посторонние ионы, мешающие анализу}

3. На чем основан хроматографический метод анализа?

- а) на избирательной адсорбции компонентов систем;
- б) на различной скорости перемещения компонентов раствора по слою адсорбента;
- в) на различной окраске компонентов смеси;
- г) ничего из перечисленного.

4. Что такое адсорбенты?

- а) жидкости, поглощающие компоненты смеси;
- б) твердые тела, на поверхности которых происходит поглощение адсорбируемого вещества;
- в) гель на поверхности твердого тела;
- г) газовые смеси.

5. Что положено в основу адсорбционной хроматографии?

- а) различная адсорбируемость и скорость передвижения веществ, в анализируемой смеси, компоненты которой удерживаются на различной высоте столба адсорбента в виде отдельных зон (слоев);
- б) в колонку вводят раствор более сильно адсорбирующегося компонента, он вытесняет более слабо адсорбирующийся, который будет выходить из колонки. Иногда разделение можно проводить чистым растворителем (вода). Молекулы воды тоже адсорбируются и будут вытеснять более слабо адсорбирующийся компонент.
- в) Вводят смесь (2 адсорбата в определенном растворителе), которую нужно разделить. Затем через колонку пропускают чистый растворитель (например, бутанол). В силу различных коэффициентов распределения адсорбатов в различных растворителях компонент с большим коэффициентом распределения в бутаноле будет переходить в растворитель (бутанол) и выходить из колонки в его составе.
- г) При пропускании раствора электролита через колонку происходит обмен подвижных ионов адсорбента на ион растворенного вещества.

6. Что положено в основу ионообменной хроматографии?

- а) различная адсорбируемость и скорость передвижения веществ, в анализируемой смеси, компоненты которой удерживаются на различной высоте столба адсорбента в виде отдельных зон (слоев);
- б) в колонку вводят раствор более сильно адсорбирующегося компонента, он вытесняет более слабо адсорбирующийся, который будет выходить из колонки. Иногда разделение можно проводить чистым растворителем (вода). Молекулы воды тоже адсорбируются и будут вытеснять более слабо адсорбирующийся компонент.

в) Вводят смесь (2 адсорбата в определенном растворителе), которую нужно разделить. Затем через колонку пропускают чистый растворитель (например, бутанол). В силу различных коэффициентов распределения адсорбатов в различных растворителях компонент с большим коэффициентом распределения в бутаноле будет переходить в растворитель (бутанол) и выходить из колонки в его составе.

г) При пропускании раствора электролита через колонку происходит обмен подвижных ионов адсорбента на ион растворенного вещества.

7. Что положено в основу распределительной хроматографии?

а) различная адсорбируемость и скорость передвижения веществ, в анализируемой смеси, компоненты которой удерживаются на различной высоте столба адсорбента в виде отдельных зон (слоев);

б) в колонку вводят раствор более сильно адсорбирующегося компонента, он вытесняет более слабо адсорбирующийся, который будет выходить из колонки. Иногда разделение можно проводить чистым растворителем (вода). Молекулы воды тоже адсорбируются и будут вытеснять более слабо адсорбирующийся компонент.

в) Вводят смесь (2 адсорбата в определенном растворителе), которую нужно разделить. Затем через колонку пропускают чистый растворитель (например, бутанол). В силу различных коэффициентов распределения адсорбатов в различных растворителях компонент с большим коэффициентом распределения в бутаноле будет переходить в растворитель (бутанол) и выходить из колонки в его составе.

г) При пропускании раствора электролита через колонку происходит обмен подвижных ионов адсорбента на ион растворенного вещества.

8. Что положено в основу вытеснительной хроматографии?

а) различная адсорбируемость и скорость передвижения веществ, в анализируемой смеси, компоненты которой удерживаются на различной высоте столба адсорбента в виде отдельных зон (слоев);

б) в колонку вводят раствор более сильно адсорбирующегося компонента, он вытесняет более слабо адсорбирующийся, который будет выходить из колонки. Иногда разделение можно проводить чистым растворителем (вода). Молекулы воды тоже адсорбируются и будут вытеснять более слабо адсорбирующийся компонент.

в) Вводят смесь (2 адсорбата в определенном растворителе), которую нужно разделить. Затем через колонку пропускают чистый растворитель (например, бутанол). В силу различных коэффициентов распределения адсорбатов в различных растворителях компонент с большим коэффициентом распределения в бутаноле будет переходить в растворитель (бутанол) и выходить из колонки в его составе.

г) При пропускании раствора электролита через колонку происходит обмен подвижных ионов адсорбента на ион растворенного вещества.

9. Катионы калия окрашивают пламя в... цвет

а) зеленый

б) фиолетовый

в) желтый

г) не окрашивают

10. Катионы бария окрашивают пламя

а) желто-зеленый цвет

б) красный

в) желтый

г) фиолетовый

Тема 15. Кинетические методы анализа.

1. В чем состоит сущность дифференциального метода кинетического анализа?

- а) использование зависимости CD от τ ($CD = k$) при постоянной концентрации реагентов;
 - б) используют зависимость или \sim и пр., концентрация реагентов изменяется на 10%;
 - с) ничего из перечисленного.
2. На зависимости между какими параметрами основаны кинетические методы анализа?
- а) оптической плотностью и концентрацией раствора;
 - б) скоростью реакции и концентрацией реагирующих веществ;
 - с) анализе кривых амперометрического титрования;
 - д) количеством электричества и массой образующегося или расходуемого вещества.
3. Что лежит в основе кинетических методов анализа?
- а) изменение pH раствора;
 - б) изменение силы тока в системе во времени;
 - с) зависимость скорости реакции от концентрации исследуемых веществ;
 - д) ослабление интенсивности прошедшего через систему света.
4. В чем заключается метод определения неизвестной концентрации вещества способом фиксированного времени?
- а) в построении калибровочного графика в координатах y при фиксированной концентрации индикатора;
 - б) в измерении C_{Ind} при строго фиксированном времени;
 - с) ничего из перечисленного.
5. Какой принцип положен в основу кинетических методов в их каталитическом варианте?
- а) определяемым компонентом является катализатор или связанные с ним соединения;
 - б) определяемым компонентом является восстановитель;
 - с) определяемым компонентом является окислитель;
 - д) определяемым компонентом является индикаторное вещество.
6. Каковы преимущества некаталитических кинетических методов анализа?
- а) высокая чувствительность;
 - б) высокая селективность;
 - с) ничего из перечисленного;
 - д) не нужно строить градуировочный график.
7. В каком случае не применяются кинетические методы анализа?
- а) анализ полупроводников;
 - б) химический мониторинг окружающей среды;
 - с) определение концентрации примесей в чистых веществах;
 - д) кислотно-основное титрование.
8. В чем заключается способ определения неизвестной концентрации вещества методом фиксированной концентрации?
- а) в построении калибровочного графика в координатах y при фиксированной концентрации индикатора;
 - б) в измерении C_{Ind} при строго фиксированном времени;
 - с) ничего из перечисленного.
9. В чем состоит сущность интегрального метода кинетического анализа?
- а) использование зависимости CD от τ ($CD = k$) при постоянной концентрации реагентов;
 - б) используют зависимость или \sim и пр., концентрация реагентов изменяется на 10%;
 - с) ничего из перечисленного.
10. Какой метод определения неизвестной концентрации вещества является самым точным?
- а) Метод тангенсов;
 - б) метод фиксированной концентрации;
 - с) методом фиксированного времени;
 - д) Ничего из перечисленного

4.3 Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в форме зачета, экзамена

Типовые вопросы зачета (ОПК-8)

3 семестр

1. Предмет аналитической химии. Методологические аспекты и структура аналитической химии. Квалификация чистоты вещества. Окраска пламени. Системы качественного анализа.
2. Закон действия масс с учетом постулата Гильдберга и Вааге.. Закон действия масс через уравнения для константы равновесия. Требования к скорости реакции и скорости достижения равновесия в аналитической химии Количественные расчеты с использованием 3-на действия масс.
3. Ионное произведение воды. Водородный показатель. Шкала рН и рОН.
4. Буферные растворы. Буферная емкость.
5. Теория электролитической диссоциации С. Аррениуса. Смещение ионных равновесий в растворах слабых электролитов.
6. Теория сильных электролитов. Активность, коэффициент активности, ионная сила раствора. Приближения Дебая. Уравнение Девиса.
7. Гидролиз солей слабого основания и сильной кислоты. Степень и константа гидролиза. Вывод аналитических зависимостей.
8. Гидролиз солей сильного основания и слабой кислоты. Вывод аналитических зависимостей. Задачи по теме.
9. Гидролиз солей слабого основания и слабой кислоты. Вывод аналитических зависимостей.
10. Протолитическая теория Бренстеда-Лоури. Автопротолиз. Теория кислот и оснований Бренстеда-Лоури.
11. Неводные растворители. Система классификации растворителей Бренстеда-Лоури. Классификация растворителей Паркера. Апротонные диполярные растворители. Диполярные протонные растворители. Апротонные аполлярные растворители.
12. Классификация комплексных соединений по характеру взаимодействия металл-лиганд. Внутри- и внешнесферные комплексы, гомо- и гетеролигандные, моно- и полидентатные. Многоядерные комплексы. Хелаты, внутрикомплексные соединения.
13. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости (ступенчатые и общие). Факторы, влияющие на комплексообразование: строение центрального атома и лиганда. Концентрация компонентов раствора, рН, ионной силы раствора. Важнейшие реагенты, применяемые в анализе для разделения, обнаружения, определения ионов металлов, маскировки.
14. Константа равновесия ОВР. Окислительно-восстановительный потенциал. Уравнение Нернста. Связь константы равновесия с окислительно-восстановительным потенциалом.
15. Основные неорганические и органические окислители и восстановители.
16. Закон действия масс в гетерогенных процессах. Точные и приближенные решения уравнений. Факторы осаждения.
17. Дробное осаждение. Взаимное превращение малорастворимых осадков. Учет коэффициента активности ионов при растворении электролитов.
18. Идентификация атомов, ионов, молекул и веществ. Дробный и систематический анализ. Микрористаллохимический и пирохимический анализ (окрашивание пламени, возгонка, образование перлов).
19. Методы разделения и концентрирования. Коэффициент распределения.
20. Хроматография. Адсорбционная хроматография, вытеснительная и ионообменная хроматография. Распределительная хроматография. Бумажная хроматография. Газовая и жидкостная хроматография.
21. Химические реакции, ведущие к образованию коллоидных систем. Мицелла и коллоидная частица. Правило Липатова.
22. Коагуляция и седиментация коллоидных систем. Пептизация осадка.

Типовые задания для зачета (ОПК-8)

3 семестр

1. Рассчитайте средний коэффициент активности хлорида алюминия в 0,1 М растворе и сравните с экспериментальной величиной 0,340.
2. Рассчитайте pH раствора, полученного в результате смешивания равных объёмов 0,01М раствора ацетата натрия и 0,05М раствора уксусной кислоты.
3. Как изменится растворимость сульфата бария в 0,01 М растворе сульфата калия по сравнению с растворимостью в чистой воде.
4. Сколько граммов ацетата натрия нужно растворить в 500 мл воды, чтобы получить раствор с pH 8,52.
5. Сколько мл 96 10 %-ной серной кислоты потребуется для приготовления 6 л 2,0 н раствора?

Типовые вопросы экзамена (ОПК-8)

4 семестр

1. Гравиметрический метод анализа. Достоинства и недостатки. Методы выделения, осаждения и отгонки в гравиметрическом анализе. Примеры.
2. Требования к форме осаждения и весовой форме. Отбор проб. Промывание осадка.
3. Титриметрический метод анализа. Требования к используемым реакциям. Классификация методов титриметрического анализа. Прямое и обратное титрование.
4. Эквивалент. Закон эквивалентов. Способы выражения концентрации растворов. Титр по рабочему и по определяемому веществу.
5. Кислотно-основное титрование. Классификация. Стандартные растворы.
6. Определение точки эквивалентности в кислотно-основном титровании. Требования, предъявляемые к индикаторам. Теории индикаторов кислотно-основного титрования (Оствальда и хромофорная).
7. Интервал перехода окраски. pK и pT индикаторов. Метилоранж и фенолфталеин с точки зрения ионно-хромофорной теории индикаторов.
8. Расчет кривой титрования раствора сильной кислоты сильным основанием.
9. Расчет кривой титрования раствора слабой кислоты сильным основанием.
10. Титрование смеси сильной и слабой кислот сильным основанием. Кривая титрования.
11. Расчет кривой титрования смеси слабых кислот. Этапы титрования.
12. Титрование двухосновных кислот. Проблемы титрование угольной кислоты.
13. Титрование многоосновной кислоты на примере H_3PO_4 . Кривая титрования.
14. Титрование раствора карбоната щелочного металла и раствора смеси щелочи и карбоната щелочного металла. Кривые титрования.
15. Влияние различных факторов на вид кривых титрования.
16. Ошибки кислотно-основного титрования (H^+ - ошибка, OH^- - ошибка, кислотная и щелочная ошибки).
17. Понятие об окислительно-восстановительном потенциале. Направление окислительно-восстановительной реакции. Константа равновесия окислительно-восстановительной реакции. Смещение равновесия и обращение реакции.
18. Кривая окислительно-восстановительного титрования на примере титрования сульфата железа (II) перманганатом калия.
19. Индикаторы окислительно-восстановительного титрования.
20. Метод осаждения. Требования к реакциям в методе осаждения. Методы фиксации эквивалентной точки (индикаторные и безиндикаторные).
21. Кривая титрования по методу осаждения на примере титрования раствора хлорида натрия раствором нитрата серебра. Факторы, влияющие на характер кривых титрования.
22. Общее понятие о комплексометрии и комплексонометрии. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексометрии. Важнейшие комплексоны.
23. Методы фиксирования эквивалентной точки в комплексонометрии. Индикаторы комплексонометрического титрования.

24. Условия проведения комплексонометрического титрования. Влияние pH. Селективность метода.
25. Теория кинетических методов анализа. Дифференциальные и интегральные методы анализа. Требования к индикаторным реакциям.
26. Способы определения неизвестной концентрации вещества в кинетических методах анализа.
27. Каталитический и некаталитический варианты кинетических методов анализа. Области применения.
28. Электрохимические методы анализа. Общая характеристика прямых и косвенных методов электрохимического анализа. Электрохимическая цепь, ячейка и индикаторный электрод.
29. Потенциометрия и потенциометрическое титрование.
30. Полярография. Теория метода.
31. Качественный и количественный полярографический анализ. Уравнение Ильковича. Уравнение потенциала волны. Потенциал полуволны.
32. Амперометрическое титрование.
33. Кулонометрия при постоянном потенциале и при постоянном токе. Определение конечной точки.
34. Понятие об оптических методах анализа. Визуальная и инструментальная колориметрия.
35. Закономерности светопоглощения. Закон Бугера – Ламберта - Бэра.
36. Спектр электромагнитного излучения. Длина волны и волновое число. Спектры атомов и молекул. Энергия излучения.
37. Влияние длины волны на светопоглощение. Ширина спектральной линии. Лоренцевское, доплеровское и естественное уширение спектральной линии.
38. Спектрофотометрическое определение двух компонентов в смеси. Фотометрическое титрование.
39. Использование УФ-, ИК- и спектров видимой области в аналитической химии. Спектры пропускания и поглощения.
40. ИК-спектры и строение химических соединений и их ассоциатов.
41. Теория флуоресценции. Флуоресцентный анализ.
42. Использование ЭВМ в аналитической химии.

Типовые задания для экзамена (ОПК-8)

4 семестр

1. Какой объём серной кислоты ($\rho = 1,06$ г/мл) требуется для осаждения всего бария в виде сульфата бария из раствора, содержащего 0,5500 г чистого $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$?
2. Определить pH в точке эквивалентности при титровании 0,1 н раствора уксусной кислоты 0,1 н раствором NaOH. $K_a(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1,75 \cdot 10^{-5}$
3. Определить процентное содержание железа в железной руде, если после соответствующей обработки и растворения навески 2,9500 г в 250 мл кислоты, на титрование 20,00 мл раствора соли железа (II) затрачено 18,40 мл раствора перманганата калия ($= 0,002850$ г/мл)
4. Энергия водородной связи составляет 30 кДж/моль. Определить длину волны и волновое число, при которых возможно определение наличия водородных связей в растворе исследуемого вещества спектрофотометрически.

4.4. Шкала оценивания промежуточной аттестации

Зачет

Оценка	Компетенции	Дескрипторы (уровни) – основные признаки освоения (показатели достижения результата)
--------	-------------	--

«зачтено» (50 - 100 баллов)	ОПК-8	Демонстрирует знание основных положений аналитической химии и химического анализа, владеет навыками проведения химического эксперимента, основными аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций. Проецирует приобретенные теоретические знания по аналитической химии на школьные курсы химии и биологии.
«не зачтено» (0 - 49 баллов)	ОПК-8	Слабо знает основные положения аналитической химии и химического анализа, слабо владеет навыками проведения химического эксперимента, основными аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций.

Экзамен

Оценка	Компетенции	Дескрипторы (уровни) – основные признаки освоения (показатели достижения результата)
«отлично» (85 - 100 баллов)	ОПК-8	Демонстрирует отличное знание основных положений аналитической химии и химического анализа; цели, задачи аналитической химии, химического анализа; Владение на высоком уровне навыков проведения химического эксперимента, основных аналитических методов получения и исследования химических веществ и реакций. Успешно проецирует приобретенные теоретические знания по аналитической химии на школьные курсы химии и биологии. Ответ построен логично, материал излагается четко, ясно, хорошим языком, аргументировано.
«хорошо» (70 - 84 баллов)	ОПК-8	Демонстрирует хорошее знание основных положений аналитической химии и химического анализа; цели, задачи аналитической химии, химического анализа; Владение на хорошем уровне навыков проведения химического эксперимента, основных аналитических методов получения и исследования химических веществ и реакций. Проецирует приобретенные теоретические знания по аналитической химии на школьные курсы химии и биологии. Проявляет некоторую неуверенность в ответах на дополнительные вопросы.
«удовлетворительно» (50 - 69 баллов)	ОПК-8	Демонстрирует удовлетворительное знание основных положений аналитической химии и химического анализа; цели, задачи аналитической химии, химического анализа; Владение на достаточном уровне навыков проведения химического эксперимента, основных аналитических методов получения и исследования химических веществ и реакций. В целом способен проецировать приобретенные теоретические знания по аналитической химии на школьные курсы химии и биологии. Ответ не всегда логично выстроен, материал излагается без применения научной терминологии.

«неудовлетворительно» (менее 50 баллов)	ОПК-8	Демонстрирует слабое знание основных положений аналитической химии и химического анализа; цели, задачи аналитической химии, химического анализа; Слабо владеет навыками проведения химического эксперимента, основных аналитических методов получения и исследования химических веществ и реакций. Затрудняется с проецированием приобретенных теоретических знаний по аналитической химии на школьные курсы химии и биологии. Ответ не всегда логично выстроен, материал излагается без применения научной терминологии.
--	-------	---

5. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины (модуля)

5.1 Методические указания по организации самостоятельной работы обучающихся:

Приступая к изучению дисциплины, в первую очередь обучающимся необходимо ознакомиться содержанием рабочей программы дисциплины (РПД), которая определяет содержание, объем, а также порядок изучения и преподавания учебной дисциплины, ее раздела, части.

Для самостоятельной работы важное значение имеют разделы «Объем и содержание дисциплины», «Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины» и «Материально-техническое обеспечение дисциплины, программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы».

В разделе «Объем и содержание дисциплины» указываются все разделы и темы изучаемой дисциплины, а также виды занятий и планируемый объем в академических часах.

В разделе «Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины» указана рекомендуемая основная и дополнительная литература.

В разделе «Материально-техническое обеспечение дисциплины, программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы» содержится перечень профессиональных баз данных и информационных справочных систем, необходимых для освоения дисциплины.

5.2 Рекомендации обучающимся по работе с теоретическими материалами по дисциплине

При изучении и проработке теоретического материала необходимо:

- просмотреть еще раз презентацию лекции в системе MOODLe, повторить законспектированный на лекционном занятии материал и дополнить его с учетом рекомендованной дополнительной литературы;
- при самостоятельном изучении теоретической темы сделать конспект, используя рекомендованные в РПД источники, профессиональные базы данных и информационные справочные системы;
- ответить на вопросы для самостоятельной работы, по теме представленные в пункте 3.2 РПД.
- при подготовке к текущему контролю использовать материалы фонда оценочных средств (ФОС).

5.3 Рекомендации по работе с научной и учебной литературой

Работа с основной и дополнительной литературой является главной формой самостоятельной работы и необходима при подготовке к устному опросу на семинарских занятиях, к дебатам, тестированию, экзамену. Она включает проработку лекционного материала и рекомендованных источников и литературы по тематике лекций.

Конспект лекции должен содержать реферативную запись основных вопросов лекции, в том числе с опорой на размещенные в системе MOODLe презентации, основных источников и литературы по темам, выводы по каждому вопросу. Конспект может быть выполнен в рамках распечатки выдачи презентаций лекций или в отдельной тетради по предмету. Он должен быть аккуратным, хорошо читаемым, не содержать не относящуюся к теме информацию или рисунки.

Конспекты научной литературы при самостоятельной подготовке к занятиям должны содержать ответы на каждый поставленный в теме вопрос, иметь ссылку на источник информации с обязательным указанием автора, названия и года издания используемой научной литературы. Конспект может быть опорным (содержать лишь основные ключевые позиции), но при этом позволяющим дать полный ответ по вопросу, может быть подробным. Объем конспекта определяется самим студентом.

В процессе работы с основной и дополнительной литературой студент может:

- делать записи по ходу чтения в виде простого или развернутого плана (создавать перечень основных вопросов, рассмотренных в источнике);
- составлять тезисы (цитирование наиболее важных мест статьи или монографии, короткое изложение основных мыслей автора);
- готовить аннотации (краткое обобщение основных вопросов работы);
- создавать конспекты (развернутые тезисы).

5.4. Рекомендации по подготовке к отдельным заданиям текущего контроля

Собеседование предполагает организацию беседы преподавателя со студентами по вопросам практического занятия с целью более обстоятельного выявления их знаний по определенному разделу, теме, проблеме и т.п. Все члены группы могут участвовать в обсуждении, добавлять информацию, дискутировать, задавать вопросы и т.д.

Устный опрос может применяться в различных формах: фронтальный, индивидуальный, комбинированный. Основные качества устного ответа подлежащего оценке:

- правильность ответа по содержанию;
- полнота и глубина ответа;
- сознательность ответа;
- логика изложения материала;
- рациональность использованных приемов и способов решения поставленной учебной задачи;
- своевременность и эффективность использования наглядных пособий и технических средств при ответе;
- использование дополнительного материала;
- рациональность использования времени, отведенного на задание.

Устный опрос может сопровождаться презентацией, которая подготавливается по одному из вопросов практического занятия. При выступлении с презентацией необходимо обращать внимание на такие моменты как:

- содержание презентации: актуальность темы, полнота ее раскрытия, смысловое содержание, соответствие заявленной темы содержанию, соответствие методическим требованиям (цели, ссылки на ресурсы, соответствие содержания и литературы), практическая направленность, соответствие содержания заявленной форме, адекватность использования технических средств учебным задачам, последовательность и логичность презентуемого материала;
- оформление презентации: объем (оптимальное количество), дизайн (читаемость, наличие и соответствие графики и анимации, звуковое оформление, структурирование информации, соответствие заявленным требованиям), оригинальность оформления, эстетика, использование возможности программной среды, соответствие стандартам оформления;
- личностные качества: ораторские способности, соблюдение регламента, эмоциональность, умение ответить на вопросы, систематизированные, глубокие и полные знания по всем разделам программы;
- содержание выступления: логичность изложения материала, раскрытие темы, доступность изложения, эффективность применения средств ИКТ, способы и условия достижения результативности и эффективности для выполнения задач своей профессиональной или учебной деятельности, доказательность принимаемых решений, умение аргументировать свои заключения, выводы.

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

6.1 Основная литература:

1. Александрова Э. А., Гайдукова Н. Г. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 1. Химические методы анализа : Учебник и практикум для вузов. - испр. и доп; 3-е изд.. - Москва: Юрайт, 2020. - 537 с. - Текст : электронный // ЭБС «ЮРАЙТ» [сайт]. - URL: <https://urait.ru/bcode/450432>

2. Александрова Э. А., Гайдукова Н. Г. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 2. Физико-химические методы анализа : Учебник и практикум для вузов. - испр. и доп; 3-е изд.. - Москва: Юрайт, 2020. - 344 с. - Текст : электронный // ЭБС «ЮРАЙТ» [сайт]. - URL: <https://urait.ru/bcode/450453>
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика : учеб. для студентов вузов: в 2 кн.. - 5-е изд., стер.. - М.: Высш. шк., 2010
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии : задачи и вопросы: учеб. пособ. для вузов. - Изд. 2-е, испр.. - М.: Высшая школа, 2004. - 412 с.
5. Золотов Ю.А., Дорохова Е.Н., Фадеева В.И. Основы аналитической химии : в 2 кн. : [учебник]. - М.: Высш. шк., 1996
6. Вигдорович В.И., Шубина А.Г., Габелко Н.В., Петрова О.С. Качественные химические реакции в экологии : Учеб. пособие. - Тамбов: Изд-во Першина Р.В., 2006. - 214 с.
7. Вигдорович В.И., Шубина А.Г. Титриметрические методы анализа : Учеб.пособие для студ.химич.фак-тов ун-тов. - Тамбов: ТГУ, 2003. - 145с.

6.2 Дополнительная литература:

1. Никитина Н. Г., Борисов А. Г., Хаханина Т. И. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа : Учебник и практикум для вузов. - пер. и доп; 4-е изд.. - Москва: Юрайт, 2020. - 394 с. - Текст : электронный // ЭБС «ЮРАЙТ» [сайт]. - URL: <https://urait.ru/bcode/449690>
2. Микилева, Г. Н., Мельченко, Г. Г., Юнникова, Н. В. Аналитическая химия. Электрохимические методы анализа: учебное пособие. - Весь срок охраны авторского права; Аналитическая химия. Электрохимические методы анализа. - Кемерово: Кемеровский технологический институт пищевой промышленности, 2010. - 184 с. - Текст : электронный // IPR BOOKS [сайт]. - URL: <http://www.iprbookshop.ru/14357.html>
3. Васильев В.П., Морозова Р.П., Кочергина Л.А. Аналитическая химия : лабораторный практикум: учеб. пособ. для студ. вузов. - 2-е изд., перераб. и доп.. - М.: Дрофа, 2004. - 415 с.
4. Апарнев А. И., Лупенко Г. К., Александрова Т. П., Казакова А. А. Аналитическая химия : Учебное пособие для вузов. - испр. и доп; 2-е изд.. - Москва: Юрайт, 2020. - 107 с. - Текст : электронный // ЭБС «ЮРАЙТ» [сайт]. - URL: <https://urait.ru/bcode/453200>
5. Подкорытов А. Л., Неудачина Л. К., Штин С. А. Аналитическая химия. Окислительно-восстановительное титрование : Учебное пособие для вузов. - Москва: Юрайт, 2020. - 60 с. - Текст : электронный // ЭБС «ЮРАЙТ» [сайт]. - URL: <https://urait.ru/bcode/453379>
6. Ткаченко, С. В., Соколова, С. А. Аналитическая химия. Химические методы анализа : учебное пособие. - Весь срок охраны авторского права; Аналитическая химия. Химические методы анализа. - Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2015. - 189 с. - Текст : электронный // IPR BOOKS [сайт]. - URL: <http://www.iprbookshop.ru/72650.html>
7. Борисов А. Н., Тихомирова И. Ю. Аналитическая химия для педагогов. Расчеты в количественном анализе : Учебник и практикум для вузов. - испр. и доп; 3-е изд.. - Москва: Юрайт, 2020. - 146 с. - Текст : электронный // ЭБС «ЮРАЙТ» [сайт]. - URL: <https://urait.ru/bcode/427564>
8. Алехина О.В. Контрольные задания по аналитической химии : учеб.-метод. пособие для студентов спец."Экология" и "Биология". - Тамбов: Издательский дом ТГУ им. Г.Р. Державина, 2010. - 41с.

6.3 Методические разработки:

1. Алехина О.В. Гидролиз солей : метод. реком. для студ. спец. 020100- "Химия". - Тамбов: Изд-во ТГУ, 2007. - 28 с.

6.4 Иные источники:

1. Электронная библиотека социологического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова - <http://lib.socio.msu.ru/l/library>
2. Интернет-энциклопедии - <http://www.rubicon.com/>
3. ЭБС «Znaniium.com» - <http://www.znaniium.com/index.php?item=main>

4. Химическая энциклопедия на сайте «Химик.ру» - <http://www.xumuk.ru/encyklopedia/>

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины, программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы

Для проведения занятий по дисциплине необходимо следующее материально-техническое обеспечение: учебные аудитории для проведения занятий лекционного и семинарского типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации, помещения для самостоятельной работы.

Учебные аудитории и помещения для самостоятельной работы укомплектованы специализированной мебелью и техническими средствами обучения, служащими для представления учебной информации большой аудитории.

Помещения для самостоятельной работы укомплектованы компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду Университета.

Для проведения занятий лекционного типа используются наборы демонстрационного оборудования, обеспечивающие тематические иллюстрации (проектор, ноутбук, экран/ интерактивная доска).

Лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

Kaspersky Endpoint Security для бизнеса - Стандартный Russian Edition. 1500-2499 Node 1 year Educational Renewal Licence

Операционная система Microsoft Windows 10

Adobe Reader XI (11.0.08) - Russian Adobe Systems Incorporated 10.11.2014 187,00 MB 11.0.08

7-Zip 9.20

Microsoft Office Профессиональный плюс 2007

Adobe Dreamweaver CS3

Adobe Photoshop CS3

Профессиональные базы данных и информационные справочные системы:

1. Научная электронная библиотека Российской академии естествознания. – URL: <https://www.monographies.ru>

2. Университетская библиотека онлайн: электронно-библиотечная система. – URL: <https://biblioclub.ru>

3. ЭБС «Университетская библиотека онлайн» . – URL: <http://www.biblioclub.ru>

4. Цифровой образовательный ресурс IPR SMART. – URL: <http://www.iprbookshop.ru>

5. Юрайт: электронно-библиотечная система. – URL: <https://urait.ru>

6. Научная электронная библиотека eLIBRARY.ru. – URL: <https://elibrary.ru>

7. Электронный каталог Фундаментальной библиотеки ТГУ. – URL: <http://biblio.tsutmb.ru/elektronnyij-katalog>

Электронная информационно-образовательная среда

https://auth.tsutmb.ru/authorize?response_type=code&client_id=moodle&state=xyz

Взаимодействие преподавателя и студента в процессе обучения осуществляется посредством мультимедийных, гипертекстовых, сетевых, телекоммуникационных технологий, используемых в электронной информационно-образовательной среде университета.