

Министерство образования и науки Российской Федерации  
 Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
 высшего профессионального образования  
 «Владимирский государственный университет  
 имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»  
 (ВлГУ)



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по УМР

А.А.Панфилов

« 14 » 04 2015 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Аналитическая химия

Направление подготовки 04.03.01 Химия

Профиль подготовки

Уровень высшего образования

Форма обучения

Бакалавриат

Очная

Семестр	Трудоемкость зач. ед., час	Лекции, час	Практические занятия, час	Лабораторн. работы, час	СРС, час.	Форма промежуточного контроля экс./зачет
3	6 216	36	0	72	72	Зачет/ Экс. (36)
4	7 252	54	0	72	90	Зачет/ Экс.(36)
<i>Итого</i>	<i>13</i> <i>468</i>	<i>90</i>	<i>0</i>	<i>144</i>	<i>162</i>	<i>Зачет/ Экс.(72)</i>

Владимир 20\_\_ г.

## 1. ЦЕЛИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Целью освоения дисциплины является обучение студентов теоретическим и практическим основам химических, физико-химических и физических методов количественного анализа и идентификации веществ.

Задача дисциплины состоит в том, что на основании полученных теоретических знаний и практического овладения методами анализа, а также методами расчета результатов эксперимента, студенты могли правильно выбирать методы исследования веществ в соответствии с поставленной перед ними проблемой, разработать схему анализа, практически провести его и интерпретировать полученные результаты.

В результате изучения дисциплины обучающийся должен:

- понимать роль химического анализа;
- знать место аналитической химии в системе наук;
- владеть метрологическими основами анализа;
- знать существо реакций и процессов, используемых в аналитической химии, принципы и области использования основных методов химического анализа (химических, физико-химических, физических);
- иметь представление об особенностях объектов анализа;
- владеть методологией выбора методов анализа, иметь навыки их применения.

## 2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП ВО

Дисциплина «Аналитическая химия» относится к базовой части учебного плана дисциплин по направлению подготовки 04.03.01 Химия (квалификация «бакалавр»), информационно и логически связана со следующими дисциплинами:

- неорганическая химия (свойства неорганических веществ и химических элементов);
- органическая химия (свойства органических веществ, органические реагенты, комплексы неорганических веществ с органическими лигандами);
- физическая химия (электрохимия, полярография, кулонометрия, потенциометрия, сорбционные процессы);
- физика (оптика, атомная спектроскопия, электричество);
- математика (методы математической статистики).

Освоение данной дисциплины необходимо как предшествующее для следующих дисциплин: «Безопасность жизнедеятельности», «Химическая технология» (базовая часть); «Хроматография», «Химический анализ объектов окружающей среды», «Химия специальных веществ», «Химия окружающей среды» (вариативная часть).

## 3. КОМПЕТЕНЦИИ ОБУЧАЮЩЕГОСЯ, ФОРМИРУЕМЫЕ В РЕЗУЛЬТАТЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

В результате освоения дисциплины обучающийся должен демонстрировать следующие результаты обучения:

**Знать:** нормы техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях (ОПК-6).

**Владеть:** способностью выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам (ПК-1);

навыками проведения химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций (ОПК-2);

базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований (ПК-2);

системой фундаментальных химических понятий (ПК-3);

навыками представления полученных результатов в виде кратких отчетов и презентаций (ПК-6);

методами безопасного обращения с химическими материалами с учетом их физико-химических свойств (ПК-7).

**Уметь:** использовать полученные знания теоретических основ фундаментальных разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1);

применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов (ПК-4);

#### 4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Общая трудоемкость дисциплины составляет 16 зачетных единиц, 576 часов.

№	Разделы дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах)							Объем учебной работы, с применением интерактивных методов (в часах/%)	Формы текущего контроля успеваемости (по неделям семестра), форма промежуточной аттестации (по семестрам)	
				Лекции	Консультации	Семинары	Практические	Лабораторные	Контрольные	СРС			КП/КР
1.	1. Введение	3	1	4						2		2/50	
2.	2. Метрологические основы химического анализа	3	2,3	10						4		4/40	
	3. Типы химических реакций в аналитической химии	3	4-6	26						6		6/23	Рейтинг-контроль №1
4.	4. Методы обнаружения и идентификации. 4.1. Методы выделения, разделения и концентрирования	3	7,8	4				24		12		14/50	Рейтинг-контроль №2
5.	4.2. Хроматографические методы анализа	3	9	2				12		12		7/50	
6.	4.3. Гравиметрический метод анализа	3	10	2				6		6		4/50	
7.	4.4. Титриметрически		11-	16				30				18/50	Рейтинг-

	е методы анализа	3	17						30				контроль №3
	<b>Всего</b>		<b>36</b>				72		72			<b>55/45</b>	<i>Зач/Экз(36)</i>
8.	5. Электрохимические методы анализа	4	1,2	8			16		8			12/50	
9.	6.Спектроскопические методы анализа	4	3	4					10			4/100	
10.	6.1. Методы атомной спектроскопии	4	4-8	14			20		40			17/50	Рейтинг-контроль №1
11.	6.3. Методы молекулярной спектроскопии	4	9-13	12			24		40			18/50	
12.	6.4. Другие физические методы анализа	4	14	4					40			4/100	Рейтинг-контроль №2
13.	7. Автоматизация анализа и использование ЭВМ	4	15	4			4		10			4/50	
14	8. Пробоотбор и пробоподготовка. 9. Основные объекты анализа	4	16, 17	8			8		12			8/50	Рейтинг-контроль №3
	<b>Всего</b>			54			72		90			<b>67/64</b>	<b>Зач/Экз (36 ч)</b>
<b>Итого</b>				90			144		162			122/48	<i>Зачет/ Экз.(72)</i>

## Разделы дисциплины

### 1. Введение

Предмет аналитической химии, ее структура. Методологические аспекты аналитической химии; ее место в системе наук, связь с практикой. Значение аналитической химии в развитии естествознания, техники, экономики. Основные аналитические проблемы: снижение предела обнаружения; повышение точности и избирательности, экспрессности анализа; анализ без разрушения; локальный анализ; дистанционный анализ. Виды анализа: изотопный, элементный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Химические, физические и биологические методы анализа. Макро-, микро- и ультрамикрoанализ.

Основные этапы развития аналитической химии. Современное состояние и тенденции развития аналитической химии: инструментализация, автоматизация, математизация, миниатюризация, увеличение доли физических методов, переход к многокомпонентному анализу, создание сенсоров и тест-методов.

### 2. Метрологические основы химического анализа

Основные метрологические понятия и представления: измерение, методы и средства измерений, метрологические требования к результатам измерений, основные принципы и способы обеспечения достоверности результатов измерений, погрешности. Основные стадии химического анализа. Выбор метода анализа и составление схем анализа. Абсолютные (безэталоные) и относительные методы анализа. Аналитический сигнал и помехи. Объем информации в аналитическом сигнале. Способы определения содержания по данным аналитических измерений.

Основные характеристики метода анализа: правильность и воспроизводимость, коэффициент чувствительности, предел обнаружения, нижняя и верхняя границы определяемых содержаний. Классификация погрешностей анализа. Систематические и случайные погрешности. Погрешности отдельных стадий химического анализа. Способы оценки правильности: использование стандартных образцов, метод добавок, метод варьирования навесок, сопоставление с другими методами. Стандартные образцы, их изготовление, аттестация и использование. Статистическая обработка результатов измерений. Закон нормального распределения случайных ошибок,  $t$ - и  $F$ -распределения. Среднее, дисперсия, стандартное отклонение. Проверка гипотезы нормальности, гипотезы однородности результатов измерений. Способы оценки правильности. Стандартные образцы. Сравнение дисперсии и средних двух методов анализа. Регрессионный анализ. Использование метода наименьших квадратов для построения градуировочных графиков.

Требования к метрологической оценке в зависимости от объекта и цели анализа. Способы повышения воспроизводимости и правильности анализа. Организация и методология метрологического обеспечения деятельности аналитической службы. Аккредитация аналитических лабораторий. Проверка аппаратуры, аттестация нестандартных средств измерений и методик анализа.

### 3. Типы химических реакций и процессов в аналитической химии

Основные типы химических реакций в аналитической химии: кислотно-основные, комплексообразования, окисления-восстановления. Используемые процессы: осаждение-растворение, экстракция, сорбция. Константы равновесия реакций и процессов. Состояние

Требования к метрологической оценке в зависимости от объекта и цели анализа. Способы повышения воспроизводимости и правильности анализа. Организация и методология метрологического обеспечения деятельности аналитической службы. Аккредитация аналитических лабораторий. Поверка аппаратуры, аттестация нестандартных средств измерений и методик анализа.

### 3. Типы химических реакций и процессов в аналитической химии

Основные типы химических реакций в аналитической химии: кислотно-основные, комплексообразования, окисления-восстановления. Используемые процессы: осаждение-растворение, экстракция, сорбция. Константы равновесия реакций и процессов. Состояние веществ в идеальных и реальных системах. Структура растворителей и раствора. Сольватация, ионизация, диссоциация. Поведение электролитов и неэлектролитов в растворах. Теория Дебая-Хюккеля. Коэффициенты активности. Концентрационные константы. Описание сложных равновесий. Общая и равновесная концентрации. Условные константы.

**Кислотно-основные реакции.** Современные представления о кислотах и основаниях. Теория Бренстеда-Лоури. Равновесие в системе кислота - сопряженное основание и растворитель. Константы кислотности и основности. Кислотные и основные свойства растворителей. Константа автопротолиза. Влияние природы растворителя на силу кислоты и основания. Нивелирующий и дифференцирующий эффект растворителя.

Кислотно-основное равновесие в многокомпонентных системах. Буферные растворы и их свойства. Буферная емкость. Вычисления рН растворов незаряженных и заряженных кислот и оснований, многоосновных кислот и оснований, смеси кислот и оснований.

**Реакции комплексообразования.** Типы комплексных соединений, используемых в аналитической химии. Классификация комплексных соединений по характеру взаимодействия металл-лиганд, по однородности лиганда и центрального иона (комплексообразователя). Свойства комплексных соединений, имеющие аналитическое значение: устойчивость, растворимость, окраска, летучесть.

Ступенчатое комплексообразование. Количественные характеристики комплексных соединений: константы устойчивости (ступенчатые и общие), функция образования (среднее лигандное число), функция закомплексованности, степень образования комплекса. Факторы, влияющие на комплексообразование: строение центрального атома и лиганда, концентрация компонентов, рН, ионная сила раствора, температура. Термодинамическая и кинетическая устойчивость комплексных соединений.

Влияние комплексообразования на растворимость соединений, кислотно-основное равновесие, окислительно-восстановительный потенциал систем, стабилизацию различных степеней окисления элементов. Способы повышения чувствительности и избирательности анализа с использованием комплексных соединений.

Теоретические основы взаимодействия органических реагентов с неорганическими ионами. Влияние их природы, расположения функционально-аналитических групп, стереохимии молекул реагента на его взаимодействие с неорганическими ионами. Теория аналогий взаимодействия ионов металлов с неорганическими реагентами типа  $H_2O$ ,  $NH_3$  и  $H_2S$  и кислород-, азот-, серосодержащими органическими реагентами. Основные типы соединений, образуемых с участием органических реагентов. Хелаты, внутрикомплексные соединения. Факторы, определяющие устойчивость хелатов. Важнейшие органические

реагенты, применяемые в анализе для разделения, обнаружения, определения ионов металлов, для маскирования и демаскирования. Органические реагенты для органического анализа. Возможности использования комплексных соединений и органических реагентов в различных методах анализа.

**Окислительно-восстановительные реакции.** Электродный потенциал. Уравнение Нернста. Стандартный и формальный потенциалы. Связь константы равновесия со стандартными потенциалами. Направление реакции окисления и восстановления. Факторы, влияющие на направление окислительно-восстановительных реакций. Понятие о смешанных потенциалах. Механизмы окислительно-восстановительных реакций.

Основные неорганические и органические окислители и восстановители, применяемые в анализе. Методы предварительного окисления и восстановления определяемого элемента.

**Процессы осаждения и соосаждения.** Равновесие в системе раствор - осадок. Осадки и их свойства. Схема образования осадка. Кристаллические и аморфные осадки. Зависимость структуры осадка от его индивидуальных свойств и условий осаждения. Зависимость формы осадка от скорости образования и роста первичных частиц. Факторы, влияющие на растворимость осадков: температура, ионная сила, действие одноименного иона, реакции протонизации, комплексообразования, окисления-восстановления, структура и размер частиц. Условия получения кристаллических осадков. Гомогенное осаждение. Старение осадка. Причины загрязнения осадка. Классификация различных видов соосаждения. Положительное и отрицательное значение явления соосаждения в анализе. Особенности образования коллоидно-дисперсных систем. Использование коллоидных систем в химическом анализе.

#### **4. Методы обнаружения и идентификации**

Задачи и выбор метода обнаружения и идентификации атомов, ионов и химических соединений. Дробный и систематический анализ. Физические методы обнаружения и идентификации неорганических и органических веществ. Микрорентгенофлуоресцентный анализ, пирохимический анализ (окрашивание пламени, возгонка, образование перлов). Капельный анализ. Анализ растиранием порошков. Хроматографические методы качественного анализа. Экспрессный качественный анализ в заводских и полевых условиях. Примеры практического применения методов обнаружения.

##### **4.1. Методы выделения, разделения и концентрирования**

Основные методы разделения и концентрирования, их роль в химическом анализе, выбор и оценка. Сочетание методов разделения и концентрирования с методами определения: гибридные методы. Одноступенчатые и многоступенчатые процессы разделения. Константы распределения. Коэффициент распределения. Степень извлечения. Фактор разделения. Коэффициент концентрирования.

**Методы экстракции.** Теоретические основы методов. Закон распределения. Классификация экстракционных процессов. Скорость экстракции. Типы экстракционных систем. Условия экстракции неорганических и органических соединений. Реэкстракция. Природа и характеристика экстрагентов. Разделение и концентрирование элементов методом экстракции. Основные органические реагенты, используемые для разделения элементов методом экстракции. Селективное разделение элементов методом подбора органических растворителей, изменение pH водной фазы, маскирования и демаскирования.

**Методы осаждения и соосаждения.** Применение неорганических и органических реагентов для осаждения. Способы разделения осаждением либо растворением при различных значениях pH, за счет образования комплексных соединений и применения окислительно-восстановительных реакций. Групповые реагенты и предъявляемые к ним требования. Характеристики малорастворимых соединений, наиболее часто используемых в анализе. Концентрирование микроэлементов соосаждением на неорганических и органических носителях (коллекторах).

#### 4.2. Хроматографические методы анализа

Определение хроматографии. Понятие о подвижной и неподвижной фазах. Классификация методов по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по механизму разделения, по технике выполнения. Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный). Основные параметры хроматограммы. Основное уравнение хроматографии. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория. Разрешение как фактор оптимизации хроматографического процесса. Качественный и количественный хроматографический анализ.

**Газовая хроматография. Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) и газо-жидкостная хроматография.** Сорбенты и носители, требования к ним. Механизм разделения. Схема газового хроматографа. Колонки. Детекторы, их чувствительность и селективность. Области применения газовой хроматографии.

**Жидкостная хроматография.** Виды жидкостной хроматографии. Преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Схема жидкостного хроматографа. Насосы, колонки. Основные типы детекторов, их чувствительность и селективность.

**Адсорбционная жидкостная хроматография.** Нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты. Полярные и неполярные неподвижные фазы и принципы их выбора. Модифицированные силикагели как сорбенты. Подвижные фазы и принципы их выбора. Области применения адсорбционной жидкостной хроматографии.

**Ионообменная хроматография.** Строение и физико-химические свойства ионообменников. Ионнообменное равновесие. Селективность ионного обмена и факторы его определяющие. Области применения ионообменной хроматографии. Ионная хроматография как вариант высокоэффективной ионообменной хроматографии. Особенности строения и свойства сорбентов для ионной хроматографии. Одноколоночная и двухколоночная ионная хроматография, их преимущества и недостатки. Ионхроматографическое определение катионов и анионов. Ион-парная и лигандообменная хроматография. Общие принципы. Подвижные и неподвижные фазы. Области применения.

**Эксклюзионная хроматография.** Общие принципы метода. Подвижные и неподвижные фазы. Особенности механизма разделения. Определяемые вещества и области применения метода.

**Плоскостная хроматография.** Общие принципы разделения. Способы получения плоскостных хроматограмм. Реагенты для их проявления. *Бумажная хроматография.* Механизмы разделения. Подвижные фазы. Преимущества и недостатки. *Тонкослойная*



*хроматография.* Механизмы разделения. Сорбенты и подвижные фазы. Области применения.

### 4.3. Гравиметрический метод анализа

Сущность гравиметрического анализа, преимущества и недостатки метода. Прямые и косвенные методы определения. Важнейшие органические и неорганические осадители. Погрешности в гравиметрическом анализе. Общая схема определений. Требования к осаждаемой и гравиметрической формам. Изменения состава осадка при высушивании и прокаливании. Термогравиметрический анализ.

Примеры практического применения гравиметрического метода анализа. Определение железа, алюминия, титана в виде оксидов. Определение кальция и магния; источники погрешностей при их определении. Методы определения кремния. Применение органических реагентов для определения никеля, кобальта, цинка и магния.

### 4.4. Титриметрические методы анализа

Методы титриметрического анализа. Классификация. Требования, предъявляемые к реакции в титриметрическом анализе. Виды титриметрических определений. Способы выражения концентраций растворов в титриметрии. Эквивалент, молярная масса эквивалента, молярная концентрация. Первичные и вторичные стандарты. Фиксаналы. Виды кривых титрования. Факторы, влияющие на характер кривых титрования и величину скачка титрования в различных методах. Точка эквивалентности. Способы определения конечной точки титрования в различных методах.

**Кислотно-основное титрование.** Построение кривых титрования. Влияние величины констант кислотности или основности, концентрации кислот или оснований, температуры на характер кривых титрования. Кислотно-основное титрование в неводных средах. Кислотно-основные индикаторы. Погрешности титрования при определении сильных и слабых кислот и оснований, многоосновных кислот и оснований.

Примеры практического применения. Первичные стандарты для установления концентрации растворов кислот и оснований. Приготовление и стандартизация растворов соляной кислоты и гидроксида натрия. Титрование кислот, оснований, смесей кислот и смесей оснований. Анализ смесей карбоната и гидрокарбоната натрия, карбоната и гидроксида натрия. Определение азота по методу Кьельдаля и солей аммония прямым и косвенным методами. Определение нитратов и нитритов.

**Окислительно-восстановительное титрование.** Построение кривых титрования. Влияние концентрации ионов водорода, комплексообразования, ионной силы раствора на характер кривых титрования. Способы определения конечной точки титрования. Погрешности титрования.

Методы окислительно-восстановительного титрования. Перманганатометрия. Определение железа(II), марганца(II), оксалатов, пероксида водорода, нитритов.

Иодометрия и иодиметрия. Система иод-иодид как окислитель или восстановитель. Определение арсенитов, арсенатов, железа (III), меди(II), галогенид-ионов, пероксидов, кислот.

Броматометрия, цериметрия, ванадатометрия, титанометрия, хромометрия. Первичные и вторичные стандарты. Используемые индикаторы. Определение неорганических и органических соединений.

**Осадительное титрование.** Построение кривых титрования. Способы определения конечной точки титрования; индикаторы. Погрешности титрования. Примеры практического применения. Методы Фольгарда, Фаянса и Мора.

**Комплексометрическое титрование.** Неорганические и органические титранты в комплексометрии. Использование аминополикарбонновых кислот в комплексометрии. Построение кривых титрования. Металлохромные индикаторы и требования, предъявляемые к ним. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Способы комплексометрического титрования: прямое, обратное, косвенное. Селективность титрования и способы ее повышения. Погрешности титрования.

Примеры практического применения. Определение кальция, магния, железа, алюминия, меди, цинка в растворах чистых солей и при совместном присутствии.

## 5. Электрохимические методы анализа

Общая характеристика методов. Классификация. Электрохимические ячейки. Индикаторный электрод и электрод сравнения. Равновесные и неравновесные электрохимические системы. Явления, возникающие при протекании тока (омическое падение напряжения, концентрационная и кинетическая поляризация). Поляризационные кривые и их использование в различных электрохимических методах.

### 5.1. Потенциометрия

**Прямая потенциометрия.** Измерение потенциала. Обратимые и необратимые окислительно-восстановительные системы. Индикаторные электроды. Ионметрия. Классификация ионоселективных электродов. Характеристики ионоселективных электродов: электродная функция, коэффициент селективности, время отклика. Примеры практического применения ионметрии. Определение pH, ионов щелочных металлов, галогенид-ионов.

**Потенциометрическое титрование.** Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования в реакциях: кислотно-основных, комплексообразования, окисления-восстановления; процессах осаждения.

Примеры практического применения. Титрование фосфорной, смесей соляной и борной, соляной и уксусной кислот в водно-органических средах. Определение иодидов и хлоридов при совместном присутствии.

### 5.2. Кулонометрия

Теоретические основы метода. Закон Фарадея. Способы определения количества электричества. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование. Кулонометрия при постоянном токе и постоянном потенциале. Внешняя и внутренняя генерация кулонометрического титранта. Титрование электроактивных и электронеактивных компонентов. Определение конечной точки титрования. Преимущества и ограничения метода кулонометрического титрования по сравнению с другими титриметрическими методами.

Примеры практического применения. Определение малых количеств кислоты и щелочи, тиосульфата натрия, окислителей-ионов металлов.

### **5.3. Вольтамперометрия**

Индикаторные электроды. Классификация вольтамперометрических методов. Получение и характеристика вольтамперной кривой. Предельный диффузионный ток. Полярография. Уравнение Ильковича. Уравнение полярографической волны Ильковича - Гейровского. Потенциал полуволны. Идентификация и определение неорганических и органических соединений. Современные виды вольтамперометрии: прямая и инверсионная, переменноточковая; хроноамперометрия с линейной разверткой (осциллография). Преимущества и ограничения по сравнению с классической полярографией.

**Амперометрическое титрование.** Сущность метода. Индикаторные электроды. Выбор потенциала индикаторного электрода. Виды кривых титрования.

Примеры практического применения вольтамперометрических методов и амперометрического титрования. Снятие и расшифровка полярограммы индивидуального деполяризатора - иона металла. Снятие полярографического спектра. Определение концентрации веществ методом градуировочного графика и методом добавок с использованием классической, осциллографической, переменноточковой вольтамперометрии. Амперометрическое титрование цинка и бихромата калия.

Сравнительная характеристика чувствительности и избирательности, областей применения электрохимических методов.

## **6. Спектроскопические методы анализа**

Спектр электромагнитного излучения. Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмиссия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеяние. Классификация спектроскопических методов по энергии. Классификация спектроскопических методов на основе спектра электромагнитного излучения: атомная, молекулярная, абсорбционная, эмиссионная спектроскопия.

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

Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Представление о полной энергии молекул как суммы электронной, колебательной и вращательной. Основные законы поглощения электромагнитного излучения (Бугера) и закон излучения (Ломакина-Шейбе). Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого соединения.

Аппаратура. Способы монохроматизации лучистой энергии. Классификация спектральных приборов их характеристики. Приемники излучения. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум; оценка минимального аналитического сигнала.

### **6.1. Методы атомной оптической спектроскопии**

**Атомно-эмиссионный метод.** Источники атомизации и возбуждения: электрические разряды (дуговые, искровые, пониженного давления), пламена, плазмотроны, индуктивно-связанная плазма, лазеры; их основные характеристики. Физические и химические процессы в источниках атомизации и возбуждения.

Спектрографический и спектрометрический методы анализа, их особенности, области применения. Качественный и количественный анализ методом эмиссионной спектрометрии пламени. Основная аппаратура: спектрографы, квантометры. Пламенные фотометры и спектрофотометры. Метрологические характеристики и аналитические возможности.

**Атомно-флуоресцентный метод.** Принцип метода; особенности и применение.

**Атомно-абсорбционный метод.** Атомизаторы (пламенные и непламенные). Источники излучения (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра, лазеры), их характеристики. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Метрологические характеристики, возможности, преимущества и недостатки метода, его сравнение с атомно-эмиссионным методом.

Примеры практического применения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.

## **6.2. Методы атомной рентгеновской спектроскопии**

Рентгеновские спектры, их особенности. Способы генерации, монохроматизации и регистрации рентгеновского излучения. Виды рентгеновской спектроскопии: рентгеноэмиссионная, рентгеноабсорбционная, рентгенофлуоресцентная. Принцип рентгеноэмиссионной спектроскопии; рентгеноспектральный микроанализ (электронный зонд). Основы рентгенофлуоресцентной спектроскопии; особенности и значение метода (быстрый неразрушающий многоэлементный анализ); примеры использования.

## **6.3. Методы молекулярной оптической спектроскопии**

**Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия).** Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Функциональный анализ по колебательным и электронным спектрам. Связь оптической плотности с концентрацией. Основной закон светопоглощения. Основные причины отклонения от закона (инструментальные и физико-химические). Понятие об истинном и кажущемся молярном коэффициенте поглощения.

Способы получения окрашенных соединений. Фотометрические аналитические реагенты; требования к ним. Способы определения концентрации веществ. Измерение высоких, низких оптических плотностей (дифференциальный метод). Анализ многокомпонентных систем. Применение метода для исследования реакций в растворах (комплексообразования, протолитических, процессов агрегации), сопровождающихся изменением спектров поглощения. Метрологические характеристики и аналитические возможности. Примеры практического применения метода.

**Молекулярная люминесцентная спектроскопия.** Классификация видов люминесценции по источникам возбуждения (хемилюминесценция, биолюминесценция, электролюминесценция, фотолюминесценция и др.), механизму и длительности свечения. Флуоресценция и фосфоресценция. Схема Яблонского. Закон Стокса-Ломмеля. Правило

зеркальной симметрии Левшина. Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции. Спектральные и физико-химические помехи. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода. Сравнение возможностей молекулярной абсорбционной и люминесцентной спектроскопии при определении неорганических соединений. Преимущества люминесцентной спектроскопии при идентификации и определении органических соединений.

Место и роль спектроскопических методов в аналитической химии и химическом анализе.

#### **6.4. Другие физические методы анализа**

Масс-спектрометрия. Идентификация и определение органических веществ; элементный и изотопный анализ. Хромато-масс-спектрометрия. Общие представления о резонансных (ЭПР-, ЯМР-, Мессбауэровская спектроскопия) и ядерных методах.

#### **7. Автоматизация анализа и использование ЭВМ в аналитической химии**

Использование ЭВМ в аналитической химии: сбор и первичная обработка результатов анализа; обработка многокомпонентных спектров и хроматограмм. Управление аналитическими приборами. создание гибридных устройств анализатор-ЭВМ. Планирование и оптимизация эксперимента. Симплекс-оптимизация. Расчеты равновесий.

Математические методы в практике работы химико-аналитических лабораторий.

Автоматизация и механизация химического анализа. Автоматизация периодического, дискретного анализа и непрерывного анализа в потоке. Проточно-инжекционный анализ. Автоматизированные приборы, системы и комплексы, автоматы-анализаторы для лабораторного и производственного анализа. Примеры современных высокоэффективных аналитических приборов-автоматов (газоанализаторы, хромато-масс-спектрометры, автоматические приборы и системы для проточно-инжекционного анализа, для отбора и анализа проб космического вещества, лабораторные роботы).

#### **8. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки**

Представительность пробы: взаимосвязь с объектом и методом анализа. Факторы, обуславливающие размер и способ отбора представительной пробы. Отбор проб гомогенного и гетерогенного состава. Способы получения средней пробы твердых, жидких и газообразных веществ; устройства и приемы, используемые при этом; первичная обработка и хранение проб; дозирующие устройства.

Основные способы перевода пробы в форму, необходимую для данного вида анализа: растворение в различных средах; спекание, сплавление, разложение под действием высоких температур, давления, высокочастотного разряда; комбинирование различных приемов; особенности разложения органических соединений. Способы устранения и учета загрязнений и потерь компонентов при пробоподготовке.

#### **9. Основные объекты анализа**

Объекты окружающей среды: воздух, природные и сточные воды, атмосферные осадки, почвы, донные отложения, . Характерные особенности и задачи их анализа.

Биологические и медицинские объекты. Аналитические задачи в этой области. Санитарно-гигиенический контроль.

Геологические объекты. Анализ силикатов, карбонатов, железных, никель-кобальтовых руд, полиметаллических руд.

Металлы, сплавы и другие продукты металлургической промышленности. Определение черных, цветных, редких, благородных металлов и анализ их сплавов. Анализ неметаллических включений и определение газообразующих примесей в металлах. Контроль металлургических производств.

Атомные материалы. Определение тория, урана, плутония, трансплутониевых элементов и некоторых продуктов деления.

Неорганические соединения. Вещества особой чистоты (в том числе полупроводниковые материалы, материалы высокотемпературной сверхпроводимости); определение в них примесных и легирующих микроэлементов. Послойный и локальный анализ кристаллов и пленочных материалов.

Природные и синтетические органические вещества и элементоорганические соединения, полимеры. Виды анализа таких объектов и соответствующие методы. Примеры решения задач контроля органических производств.

Специальные объекты анализа: токсичные и радиоактивные вещества, токсины в пищевых продуктах, наркотики, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, газы, космические объекты.

## **5. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ**

При изучении теоретического курса используются методы ИТ - применение компьютеров для доступа к интернет-ресурсам, использование обучающих программ для расширения информационного поля, обеспечения удобства преобразования и структурирования информации для трансформации её в знание.

Преподнесение теоретического материала осуществляется с помощью электронных средств обучения при непосредственном прочтении данного материала лектором.

Для оценки освоения теоретического материала студентами используются традиционные письменные и устные контрольные мероприятия (коллоквиумы, контрольные работы).

При освоении лабораторного практикума студентам предлагается индивидуальная работа и работа в малых группах, где каждый получает своё задание.

Лабораторные работы выполняются студентами по индивидуальным графикам согласно методическим указаниям к лабораторным работам, составленным по единому плану: перечень вопросов для подготовки к лабораторным работам, сущность методики, методика проведения определения, список литературы.

Теоретические вопросы, касающиеся той или иной лабораторной работы готовятся студентами дома. Дополнительно для домашнего выполнения дается несколько задач для решения из учебника.

В лаборатории перед каждой работой преподавателем проводится допуск к лабораторной работе в виде устного опроса студентов и проверкой домашнего задания (20-30 мин).

Студенты, получившие допуск, выполняют лабораторную работу согласно методике. Все работы заканчиваются анализом раствора с неизвестной концентрацией, выданного лаборантом. Выполняется не менее 3-х параллельных определений. Результаты

реальном объекте. Здесь используются все изученные методы и знания, полученные студентом в курсе аналитической химии.

## **6. ОЦЕНОЧНЫЕ СРЕДСТВА ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ УСПЕВАЕМОСТИ, ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ИТОГАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ И УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ**

### **Рейтинг-контроль 3 семестр**

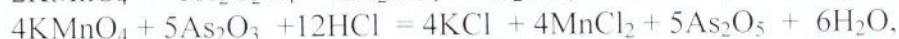
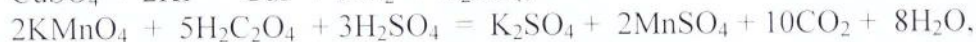
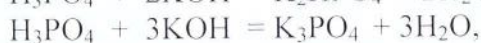
#### *Рейтинг-контроль №1*

#### *Общие вопросы аналитической химии*

1. Дайте определение аналитической химии как науки. Ее предмет, цели, задачи.
2. Как связана наука "аналитическая химия" с жизнью современного общества (наукой, производством, окружающей средой, медициной, качеством жизни).
3. Назовите основные этапы развития аналитической химии.
4. Как вы определите аналитические задачи (обнаружение, идентификация, определение, тестирование веществ)? Объекты анализа (твердые, жидкие, газообразные, плазма; макро- и микро- ; органические и неорганические, близкие и удаленные).
5. По каким принципам классифицируют методы аналитической химии (химические, физические, биологические; обнаружения, идентификации, определения; разделения и концентрирования; гибридные и комбинированные; прямые и косвенные методы)?
6. Метод и методика. Метрологические параметры методики: продолжительность, трудоемкость, стоимость, приборное обеспечение.
7. Дайте определение метрологических характеристик методов определения (чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, избирательность).
8. Дайте определение понятию аналитическая служба.
9. Организация аналитической службы и ее функции: контроль технологических процессов, мониторинг окружающей среды, здоровья населения, служба контроля за хранением продукции, оперативный контроль. Сертификация продукции и химический анализ.
10. Принципы унификации и стандартизации аналитических методов.
11. Обеспечение химического анализа: химические реактивы, классификация, общая характеристика, степень чистоты, очистка.
12. Мерная посуда, ее градуировка.
13. Аналитические приборы: общая характеристика и требования к ним; класс точности, поверка, градуировка, сочетание с микропроцессорами и ЭВМ.
14. Аналитическое приборостроение, его тенденции (блочно-модульный принцип, автоматизация, миниатюризация и др.)
15. Источники информации по аналитической химии: периодическая, монографическая, учебная литература.
16. Международные и отечественные сообщества аналитиков. Рекомендации ИЮПАК по аналитической химии.

#### *Метрологические основы аналитической химии*

1. Перечислите метрологические характеристики методов химического анализа.
2. Укажите эквивалент, фактор эквивалентности и молярную массу эквивалента в следующих реакциях:



3. Какими способами можно проверить правильность анализа?
4. В чем отличие случайных погрешностей от систематических?
5. Какие величины характеризуют воспроизводимость выборочной совокупности данных химического анализа?
6. Перечислите критерии выбора метода анализа.
7. Что такое аналитический сигнал? Приведите примеры аналитических сигналов в химических и физических методах анализа.
8. Значение цифры и правила округления чисел, выражающих результат анализа.
9. Единицы СИ в анализе: основные, производные, внесистемные (эквивалент, титр, молярность, моляльность, нормальность, массовая концентрация и др.)
11. Случайные погрешности в химическом анализе. Закон Гаусса. Воспроизводимость. Статистические критерии: математическое ожидание (генеральное среднее и генеральная дисперсия случайной величины; выборочное среднее, дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность).
12. Систематические погрешности химического анализа. Правильность и способы ее проверки (метод стандартных образцов, стандартных добавок, сравнения с результатами другого метода и др.) Их ограничения.
13. Погрешности отдельных стадий и конечного результата. Суммирование погрешностей.
14. Метрологическое обеспечение контроля состава веществ и материалов. Аттестация и стандартизация методик. Аккредитация аналитических лабораторий.
15. Что такое избирательность метода?
16. Что такое точность анализа, какими величинами она характеризуется?
17. Какие существуют способы определения концентрации на основании существующей зависимости между аналитическим сигналом и содержанием компонента?

#### *Отбор и подготовка пробы к анализу*

1. Какие требования предъявляют к генеральной пробе анализируемого вещества?
2. Чем определяется способ отбора и размер пробы?
3. Приведите примеры способов отбора пробы в потоке жидкости и газа.
4. Каковы особенности отбора пробы твердых веществ?
5. Назовите способы гомогенизации и усреднения пробы анализируемого вещества.
6. Укажите источники погрешностей при отборе пробы анализируемого вещества.
7. Каким образом можно учесть содержание воды в анализируемой пробе?
8. Какие факторы определяют способ переведения анализируемой пробы в раствор?



9. Какими свойствами должен обладать растворитель, используемый для растворения анализируемой пробы?
10. Приведите примеры щелочных, кислых и окислительных плавленей.
11. Чем отличается пиролиз от сухого озоления?

### *Рейтинг-контроль №2*

#### *Обнаружение неорганических катионов и анионов*

1. Аналитические реакции, их основные характеристики: нижняя граница определяемых содержаний, селективность.
2. Какие вы знаете способы уменьшения нижней границы определяемых содержаний аналитической реакции?
3. Назовите важнейшие приемы повышения селективности аналитических реакций.
4. Способы выполнения аналитических реакций в растворах (капельные, пирохимические, микрокристаллоскопические, растирания порошков).
5. Химические способы обнаружения неорганических ионов: систематический ход анализа катионов (сущность, возможности и ограничения, значение в современном анализе, деление на сероводородную, кислотно-щелочную и др. схемы).
6. Дробный ход анализа ионов (сущность, возможности и ограничения).
7. Общие реакции s-, p-, d-элементов в дробном анализе.
8. Характерные реакции s-элементов.
9. Характерные реакции p-элементов.
10. Характерные реакции d-элементов.
11. Алгоритмы дробного обнаружения катионов.
12. Какие реакции на анионы считаются предварительными?
13. Как открыть анион  $\text{CO}_3^{2-}$  в присутствии анионов  $\text{SO}_3^{2-}$  и  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ?
14. Изобразите уравнениями реакций ход анализа смеси анионов:  $\text{I}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ .
15. Какие анионы не могут находиться в кислом растворе?
16. Каким путем открывают анионы  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , если они присутствуют вместе?
17. Какие анионы можно открыть действием иодида калия в присутствии крахмала?
18. Алгоритмы дробного обнаружения анионов.
19. Качественный химический анализ искусственной смеси твердых веществ (солей, оксидов).
20. Как проводится качественный химический анализ сплавов в зависимости от их типа?
21. Как проводится качественный химический анализ минералов?

### *Рейтинг контроль №3*

#### *Идентификация и анализ органических соединений*

1. Что такое функциональный анализ органических веществ? Как проводится идентификация структурных фрагментов и строения органических соединений (функциональные группы, кратные связи, циклические и линейные структуры и пр.)?
2. Идентификация различных классов органических соединений.
3. Как можно определить наличие следов органических веществ в различных объектах?
4. Как проводится анализ биологических и медицинских объектов (растения, кровь, ткани, жидкости организмов)?
5. Что такое клинический анализ? Его особенности.
6. Как проводится анализ пищевых продуктов (основные компоненты, примеси)?

#### *Химические тест-методы анализа*

1. Как используются методы плоскостной хроматографии в качественном и полуколичественном анализе веществ?
2. Приведите примеры использования осадочной хроматографии в качественном и количественном анализе.
3. Что такое химические тест-методы анализа?
4. Какие реагенты используют в тест-методах?
5. Какие используют готовые аналитические формы реагентов в тест-методах?
6. В чем преимущества и недостатки физического способа иммобилизации реагентов на носители?
7. Типы используемых матриц для нанесения реагентов.
8. В чем преимущества и недостатки химически иммобилизованных реагентов на носителях?
9. Принципы определения концентрации тест-методом.
10. Устройства для определения концентрации тест-методом.
11. Способы определения концентрации тест-методом.
12. Назовите основные метрологические характеристики результатов анализа тест-методом при различных способах определения концентрации.
13. Какова чувствительность определения концентрации тест-методом в различных устройствах и способах анализа?
14. Как улучшают избирательность определения концентрации тест-методом?
15. Какова точность определения концентрации тест-методом?
16. Назовите основные области применения тест-методов.
17. Как проводится анализ воды, воздуха и почвы тест-методами?
18. Тест-методы в клиническом анализе.
19. Назовите основные способы изготовления тест-устройств для экспрессного анализа.
20. Как определяют пары этанола в выдыхаемом воздухе тест-методом?

### Вопросы к СРС 3 семестр

1. Аналитические реакции, их основные характеристики: нижняя граница определяемых содержаний, селективность.
2. Какие вы знаете способы уменьшения нижней границы определяемых содержаний аналитической реакции?
3. Назовите важнейшие приемы повышения селективности аналитических реакций.
4. Способы выполнения аналитических реакций в растворах (капельные, пирохимические, микрокристаллоскопические, растирания порошков).
5. Химические способы обнаружения неорганических ионов: систематический ход анализа катионов (сущность, возможности и ограничения, значение в современном анализе, деление на сероводородную, кислотно-щелочную и др. схемы).
6. Дробный ход анализа ионов (сущность, возможности и ограничения).
7. Общие реакции s-, p-, d-элементов в дробном анализе.
8. Характерные реакции s-элементов.
9. Характерные реакции p-элементов.
10. Характерные реакции d-элементов.
11. Алгоритмы дробного обнаружения катионов.
12. Какие реакции на анионы считаются предварительными?
13. Как открыть анион  $\text{CO}_3^{2-}$  в присутствии анионов  $\text{SO}_3^{2-}$  и  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ?
14. Изобразите уравнениями реакций ход анализа смеси анионов:  $\text{I}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ .
15. Какие анионы не могут находиться в кислом растворе?
16. Каким путем открывают анионы  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , если они присутствуют вместе?
17. Какие анионы можно открыть действием иодида калия в присутствии крахмала?
18. Алгоритмы дробного обнаружения анионов.

19. Качественный химический анализ искусственной смеси твердых веществ (солей, оксидов).
20. Как проводится качественный химический анализ сплавов в зависимости от их типа?
21. Как проводится качественный химический анализ минералов?

### Вопросы к зачету 3 семестр

1. В чем различие аналитической химии и аналитической службы?
2. Нарисуйте кривую титрования гидроксида натрия соляной кислотой и обоснуйте выбор индикатора.
3. Предложите схему идентификации катионов кальция, магния, бария и свинца, находящихся в смеси.
4. Точность анализа.
5. Определить массовую долю (%) олова в бронзе, если на титрование раствора, полученного из 0,9122 г бронзы, израсходовали 15,73 мл  $I_2$   $c(1/2I_2) = 0,03523$  М.
1. В чем различие метода анализа и методики анализа?
2. Нарисуйте кривую титрования уксусной кислоты гидроксидом натрия и обоснуйте выбор индикатора (обоснование подтвердите расчетами).
3. Предложите схему идентификации катионов аммония, железа(II), никеля и калия, находящихся в смеси.
4. Первичные стандарты в титриметрии, требования, примеры.
5. К 20,00 мл раствора сероводорода прибавили 50,00 мл раствора йода  $c(1/2 I_2) = 0,01960$  М и избыток йода оттитровали 11,00 мл тиосульфата натрия  $c(Na_2S_2O_3) = 0,02040$  М. Вычислите концентрацию сероводорода в растворе (г/л).
1. Как оценить правильность выполненного анализа?
2. Нарисуйте кривую титрования аммиака соляной кислотой и обоснуйте выбор индикатора (обоснование подтвердите расчетами).
3. Предложите схему идентификации катионов алюминия, железа(III), никеля, бария, находящихся в смеси.
4. Почему комплексометрическое титрование алюминия проводят методом обратного титрования.
5. На титрование с фенолфталеином смеси, состоящей из  $Na_2CO_3$ ,  $NaHCO_3$  и  $NaCl$  массой 0,4478 г, потребовалось 18,80 мл 0,1998 М соляной кислоты. При титровании с метиловым оранжевым на ту же навеску израсходовали 40,00 мл кислоты. Вычислите массовую долю (%) карбоната и гидрокарбоната натрия в образце.
1. Как оценить воспроизводимость выполненного анализа?
2. Рассчитайте pH в точке эквивалентности при титровании 0,1 М уксусной кислоты 0,1 М раствором гидроксида натрия. Обоснуйте выбор индикатора.
3. Предложите схему идентификации катионов свинца, железа(II), железа(III) и никеля, находящихся в смеси.
4. Распределение Гаусса и Стьюдента.
5. Навеску неизвестного вещества массой 2,000 г растворили в мерной колбе вместимостью 100 мл. На титрование 25,00 мл раствора израсходовали 20,0 мл 0,4455 М раствора соляной кислоты. Определить, что входило в состав анализируемого вещества: гидроксид натрия или калия?
1. Что такое точность анализа и как она оценивается?
2. Рассчитайте pH 0,00000001 М раствора гидроксида натрия.
3. Предложите схему идентификации катионов аммония, калия, кальция, магния, находящихся в смеси.
4. В чем различие между редокс-индикаторами и специфическими индикаторами, применяемыми в методах окисления-восстановления.
5. Навеску смеси хлорида калия и нитрата натрия массой 1,479 г растворили в мерной колбе 250 мл. К 25,00 мл полученного раствора прилили 50 мл 0,1 М раствора нитрата серебра

( $K = 0,9580$ ). На титрование избытка серебра израсходовали 23,50 мл 0,1 М тиоцианата калия ( $K = 1,256$ ). Вычислите массовую долю (%) хлорида калия в смеси.

1. Что такое качественный и количественный анализ? Какими методами он выполняется? Приведите примеры.
  2. Предложите схему идентификации хлоридов карбонатов, сульфатов и нитратов, находящихся в смеси.
  3. Метод Мора, Фольгарда и Фаянса. Сущность, области использования.
  4. Нивелирующий и дифференцирующий эффекты растворителя.
  5. К 10,00 мл раствора хлорида никеля добавили дистиллированную воду, аммиачный буфер и 20,00 мл 0,01085 М раствора ЭДТА. Избыток ЭДТА оттитровали 0,01292 М раствором хлорида магния, на титрование израсходовали 5,47 мл. Рассчитать исходную концентрацию (г/л) раствора хлорида никеля.
1. Какие вы знаете виды анализа? Приведите примеры.
  2. Нарисуйте кривую титрования серной кислоты гидроксидом натрия и обоснуйте выбор индикатора.
  3. Предложите схему идентификации нитратов, нитритов, сульфатов и хлоридов, находящихся в смеси.
  4. Комплексометрическое титрование
  5. К навеске карбоната натрия массой 0,1032 г прилили 50,00 мл 0,09496 М раствора соляной кислоты, избыток кислоты оттитровали 24,80 мл 0,1 М раствором гидроксида натрия ( $K = 1,298$ ) по метиловому оранжевому. Вычислить массовую долю (%) индифферентных примесей в образце.
1. Как классифицируются методы анализа? Приведите примеры биологических методов анализа
  2. Нарисуйте кривую титрования фосфорной кислоты гидроксидом натрия и обоснуйте выбор индикатора.
  3. Предложите схему идентификации катионов никеля, бария, калия и аммония, находящихся в смеси.
  4. Вычислить массовую долю (%) брома в техническом образце бромида натрия, если на титрование раствора, полученного из навески массой 0,5569 г израсходовано 21,20 мл  $c(1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 0,2500 \text{ M}$ . Сравнить с теоретическим.
  5. Напишите реакции, протекающие при титриметрическом определении нитратов, железа(III), брома и хлора иодометрически.
1. Приведите примеры аналитических сигналов в различных методах анализа.
  2. О чем говорит наличие трех скачков на кривой титрования?
  3. Предложите схему идентификации катионов кальция, бария, алюминия и свинца, находящихся в смеси.
  4. В каких случаях применяют обратное титрование.
  5. К кислому раствору иодида калия прибавили 20,00 мл  $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,1133 \text{ M}$  и выделившийся йод оттитровали 25,90 мл раствора тиосульфата натрия. Рассчитать молярную концентрацию эквивалента раствора тиосульфата натрия.
1. Что такое избирательность метода анализа? Приведите примеры избирательных методов.
  2. Рассчитайте pH 0,05 М раствора серной кислоты.
  3. Предложите схему идентификации катионов аммония, калия, магния, алюминия и железа(II), находящихся в смеси.
  4. В каких координатах строят кривые титрования в различных титриметрических методах анализа?
  5. После растворения цемента массой 0,5020 г и отделения кремниевой кислоты железом восстановили до двухвалентного и оттитровали 15,41 мл раствора дихромата калия ( $T = 0,00500$ ). Вычислить массовую долю (%)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  в цементе.
1. Бывают ли избирательные методы анализа универсальными? Приведите примеры.
  2. Можно ли отдельно оттитровать серную и соляную кислоты при их совместном присутствии? Нарисуйте кривую титрования.
  3. Предложите схему идентификации катионов кобальта, железа(III), никеля, алюминия, находящихся в смеси.
  4. Как зависит величина скачка при комплексометрическом титровании от константы устойчивости комплексного соединения, температуры, концентрации и pH среды.

5. Для определения содержания этилового спирта в крови пробу массой 1,00 г подкислили азотной кислотой и добавили 25,00 мл 0,0200 М раствора дихромата калия (при этом этанол окислился до уксусной кислоты). Избыток дихромата оттитровали йодометрически, затратив 22,25 мл 0,0200 М раствора тиосульфата натрия. Вычислить концентрацию этанола в крови (мг/л, Ответ: 0,6335 мг/л)
1. Что такое чувствительность метода анализа? Приведите примеры чувствительных методов анализа.
2. С чем связаны погрешности кислотно-основного титрования при использовании индикаторов?
3. Тестовые методы анализа, сущность, способы качественного и полуколичественного анализа.
4. Навеску щавелевой кислоты  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  массой 0,6000 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование 20,00 мл полученного раствора израсходовали 18,34 мл гидроксида натрия. Определить молярную концентрацию раствора гидроксида натрия.
5. Рассчитайте pH смеси 0,1 М хлорида аммония и 0,1 М гидроксида аммония.
1. Что такое экспрессность метода анализа? Приведите примеры экспрессных методов анализа.
2. Рассчитайте pH 0,1 М раствора муравьиной кислоты ( $K = 1,3 \cdot 10^{-4}$ ).
3. Навеску фосфорной кислоты массой 0,1182 г растворили в воде и на ее титрование по фенолфталеину израсходовали 22,18 мл 0,1 М КОН. Определить массовую долю фосфорной кислоты.
4. Предложите схему идентификации катионов марганца, свинца, никеля и кобальта, находящихся в смеси.
5. Требования, предъявляемые к окислительно-восстановительным реакциям, используемым в титриметрии.

### Вопросы к экзамену 3 семестр

1. Чем определяется количество значащих цифр в конечном результате анализа?
2. Рассчитайте pH 0,01%-ного раствора гидроксида натрия.
3. При определении железа в сточной воде объемом 200,0 мл его окислили до трехвалентного, осадили аммиаком, отделили от раствора и после растворения в соляной кислоте оттитровали 5,14 мл 0,005 М ЭДТА. Найти концентрацию железа в мг/л.
4. Хроматографические методы в идентификации элементов.
5. В чем различие точки эквивалентности и конечной точки титрования?
1. Может ли быть хорошая воспроизводимость, а результат анализа неправильным?
2. Рассчитайте pH 0,1 М раствора ацетата натрия ( $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$ )
3. Определить концентрацию (г/л) раствора  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ , если на титрование 20,00 мл его израсходовано 17,26 мл 0,01 М ЭДТА.
4. Реакции, используемые для идентификации химических элементов.
5. Сущность комплексонометрического и кислотно-основного определения жесткости воды. Какую жесткость определяют в первом и во втором случаях?
1. Что такое государственные стандартные образцы? Для чего они используются?
2. На чем основан принцип действия металлоиндикаторов в комплексонометрии?
3. Способы получения аналитического сигнала в качественном анализе.
4. Навеску пробы, состоящей только из железа и оксида железа(III) массой 0,2250 г растворили, восстановили железо и оттитровали 37,50 мл 0,0991 М раствора перманганата калия. Вычислить массовую долю (%) железа и оксида железа в пробе (ответ 74,18 % железа и 25,82% оксида).
5. Рассчитайте молярную массу эквивалента карбоната натрия при титровании соляной кислотой с фенолфталеином и метиловым оранжевым.
1. Назовите известные вам самые точные методы анализа.
2. Какую жесткость воды общую, временную или постоянную можно определить комплексонометрическим методом?

3. Чувствительность и избирательность аналитических реакций.
4. Навеску пергидроля массой 2,5000 г перенесли в мерную колбу вместимостью 500,0 мл. На титрование 25,00 мл раствора израсходовано 18,72 мл 0,1 М раствора перманганата калия ( $K=1,124$ ). Вычислить массовую долю (%) пероксида водорода в пергидроле (ответ 28,63 %)
5. Какими способами фиксируется конечная точка титрования в методе комплексонометрии. привести примеры.
  1. Назовите известные Вам самые чувствительные методы анализа.
  2. В чем различие индикаторов, применяемых в кислотно-основном и комплексонометрическом титровании?
  3. Тест-методы анализа. Способы определения концентрации тест-методами.
  4. Определить концентрацию (г/л) раствора нитрата висмута, если на титрование 20,00 мл его израсходовано 17,26 мл 0,06905 М раствора ЭДТА (ответ 23,54)
  5. Различие йодометрии и йодиметрии. Стандартные растворы, индикаторы.
    1. Назовите известные вам самые экспрессные методы анализа.
    2. Нарисуйте кривую титрования раствора карбоната натрия соляной кислотой и обоснуйте выбор индикатора.
    3. Предложите схему идентификации хлоридов, нитратов, нитритов и карбонатов, находящихся в смеси.
    4. Рассчитайте pH 0,1 М раствора серной кислоты и 0,1 М раствора аммиака.
    5. К 10,00 мл раствора хлорида никеля добавили дистиллированную воду, аммиачный буфер и 20,00 мл 0,01085 М раствора ЭДТА. Избыток ЭДТА оттитровали 0,01292 М раствором хлорида магния, на титрование израсходовали 5,47 мл. Рассчитать исходную концентрацию (г/л) раствора хлорида никеля (ответ 1,897)
1. В чем различие терминов «химические методы анализа» и «методы химического анализа».
2. Принцип действия индикаторов в комплексонометрии. Приведите примеры.
3. Предложите схему идентификации катионов кобальта, свинца, бария, кальция и магния, находящихся в смеси.
4. Рассчитайте pH смеси 0,1 М ацетата натрия и 0,1 М уксусной кислоты.
5. Какую массу металлического цинка следует взять для приготовления 100 мл раствора, чтобы на титрование 20,00 мл его расходовалось 20,00 мл 0,2000 М ЭДТА (ответ 1,31г)

## Рейтинг-контроль 4 семестр

### *Рейтинг-контроль №1* *Атомная спектроскопия*

1. Поясните следующие термины: стационарное состояние, энергетические уровни, основное (нормальное) состояние, возбужденное состояние, поглощение, испускание, фотон, длина волны, частота, волновое число, спектральная линия, интенсивность спектральной линии, заселенность энергетических уровней, спектр поглощения, спектр испускания.

2. Объясните происхождение спектров испускания (эмиссионные) и поглощения (абсорбционные) атомов, молекул, ионов, ядер с позиций квантовой теории.

3. Какими величинами характеризуются линии или полосы, наблюдаемые в спектрах испускания или поглощения?

4. Какие типы переходов в молекуле вызываются поглощением а) ультрафиолетового, б) видимого, в) инфракрасного излучения?

5. Какой области спектра соответствует излучение с длиной волны а) 703 нм, б) 11,5 см, в) 3,68 мкм, г)  $9,25 \text{ \AA}$ ? Каким энергетическим переходам оно отвечает? Какие методы анализа основаны на этих переходах?

6. Какие энергетические уровни и переходы изучают в а) атомной спектроскопии, б) молекулярной спектроскопии, в) ядерной спектроскопии?

7. Для каких систем характерно появление а) линейчатых спектров, б) полосатых спектров?

8. Какой интервал длин волн отвечает оптическому спектральному диапазону?

пламени?

32. Какой из двух методов: пламенно-эмиссионный или атомно-абсорбционный предпочтителен при определении К, Ва, Ве, Тi, V?

33. Почему при определении РЬ и Zn предпочтителен пламенный атомно-абсорбционный метод, а не пламенный атомно-эмиссионный метод?

34. Что такое внутренний стандарт? Для чего его используют?

35. Каким требованиям должна удовлетворять гомологическая пара линий?

36. Рассчитайте коэффициент атомного поглощения цинка, если при его концентрации в растворе  $1 \cdot 10^{-4}$  г/мл значение оптической плотности 0,512 (длина щели горелки 10 см).

## **Рейтинг-контроль №2**

### **Молекулярно-абсорбционная спектроскопия**

1. Какими величинами характеризуются полосы поглощения в молекулярных абсорбционных спектрах? Какая разница между истинным и средним молярным коэффициентом поглощения?

2. Будет ли наблюдаться для каждого из приведенных ниже растворов отклонение от закона Бугера-Ламберта-Бера и какое: отрицательное, положительное? раствор слабой кислоты, поглощает недиссоциированная форма; раствор аквакомплекса  $M(H_2O)_n$ , находящегося в равновесии с комплексом  $ML$ , поглощает аквакомплекс.

3. При каких длинах волн следует измерять оптическую плотность растворов при фотометрическом анализе смеси веществ, если их спектры поглощения накладываются друг на друга?

4. Какой вариант спектрофотометрии следует выбрать, если главным требованием является а) быстрота выполнения, б) высокая точность при достаточно высоком содержании элемента, в) учет влияния фона?

5. Что используют в качестве раствора сравнения при дифференциальном способе измерения оптической плотности, если основной закон светопоглощения а) выполняется, б) не выполняется?

6. На одном рисунке в координатах  $A-\lambda$  изобразите произвольный спектр поглощения фотометрируемого раствора (имеет одну полосу поглощения) и спектр поглощения светофильтра, необходимого для анализа этого раствора.

7. Какие законы лежат в основе спектрофотометрического определения констант химических равновесий?

8. Для определения никеля в виде диметилглиоксимата навеску стали, содержащей 0,5 % Ni, растворили и разбавили до 100,0 мл. К аликвоте 5,00 мл добавили необходимые реагенты и разбавили до 50,0 мл. Оптическая плотность определяется при 470 нм в кювете с  $l = 2,0$  см. Вычислите навеску стали, если оптимальное значение  $A = 0,435$ , а  $\epsilon = 1,3 \cdot 10^4$  л.моль<sup>-1</sup> см<sup>-1</sup>.

9. Оптическая плотность раствора кофеина ( $M = 212,1$ ), содержащего 1,000 мг протонированной формы кофеина в 100,0 мл, равна 0,510 при длине волны 272 нм ( $l = 1,0$  см). Навеску растворимого кофе 2,500 г растворили в 500,0 мл воды. Аликвоту 25,00 мл осветлили стандартными приемами и добавив 0,1 М  $H_2SO_4$ , разбавили до 500,0 мл. Оптическая плотность этого раствора в тех же условиях равна 0,415. Рассчитайте молярный коэффициент поглощения кофеина и его содержание (г/кг) в кофе.

10. Молярный коэффициент поглощения комплекса Ве с ацетилацетоном при 295 нм равен  $3,16 \cdot 10^4$  л.моль<sup>-1</sup> см<sup>-1</sup>. Какое минимальное содержание Ве (% масс.) можно

определить из навески 1,0000 г, растворенной в 100,0 мл, при измерении оптической плотности на спектрофотометре при  $l=10,0$  см. Минимальное значение оптической плотности, которое можно измерить с необходимой точностью, считать равным 0,010.  $M.M.(Be)=9,01$ .

11. Оптическая плотность 0,15 М пикрата натрия в 1М NaOH, обусловленная поглощением пикрат-иона (пикриновая кислота не поглощает) равна 0,419. В тех же условиях оптическая плотность 0,30 М раствора пикриновой кислоты равна 0,531. Рассчитайте константу кислотности пикриновой кислоты.

### **Рейтинг-контроль №3**

#### **Молекулярно-эмиссионная спектроскопия**

1. Почему при комнатной температуре люминесцируют не все вещества?
2. Является ли люминесценция равновесным процессом?
3. Чем объясняется более высокая селективность люминесцентных методов анализа по сравнению с фотометрическими? Почему флуоресцентные методы анализа чувствительнее фотометрических?
4. Почему при флуоресцентных определениях предъявляют повышенные требования к чистоте реактивов и посуды?
5. Почему вид спектра флуоресценции не зависит от длины волны возбуждающего излучения?
6. Почему градуировочный график при флуоресцентных определениях линеен в ограниченном интервале концентраций?
7. Как изменяется интенсивность флуоресценции при понижении температуры?
8. Почему лампу накаливания редко используют в качестве источника излучения в флуоресцентном анализе?
9. Почему нельзя долго освещать флуоресцирующие растворы при проведении флуоресцентных определений?
10. В каких случаях соблюдается правило зеркальной симметрии спектров поглощения и флуоресценции?
11. Какие характеристики люминесценции зависят от длины волны возбуждающего света и почему?
12. Что больше: квантовый или энергетический выход флуоресценции? Почему?
15. Рассчитайте минимальное содержание циркония (%), которое можно определить люминесцентным методом в виде комплекса с морином пользуясь следующими данными  
- навеску массой 0,1000 г перевели в мерную колбу емкостью 250,0 мл;  
- максимальной величине регистрируемого фототока, равной 250 мкА, отвечает концентрация циркония 0,1 мкг/мл;  
- минимальная величина фототока, регистрируемая микроамперметром, равна 1 мкА.

#### **Вопросы к СРС 4 семестр**

1. Рассчитайте длину волны (нм) и волновое число ( $\text{см}^{-1}$ ) для каждой из перечисленных ниже частот электромагнитного излучения (Гц): 1)  $1,97 \cdot 10^9$ , 2)  $4,75 \cdot 10^{13}$ , 3)  $6,23 \cdot 10^{15}$ , 4)  $9,56 \cdot 10^{19}$ .
2. Согласно определению 13-й Генеральной конференции по мерам и весам 1 секунда равна 9 192 631 770 периодам излучения, соответствующего энергетическому переходу



между двумя сверхтонкими уровнями изотопа  $^{137}\text{Cs}$ . Рассчитайте частоту (Гц), волновое число ( $\text{см}^{-1}$ ) и длину волны (нм, мкм) этого перехода.

3. Найдите волновые числа, отвечающие энергиям переходов: а)  $100 \text{ Дж.моль}^{-1}$ , б)  $1 \text{ эВ}$ , в)  $1 \text{ ккал.моль}^{-1}$ .

4. Вычислите длину волны излучения, поглощаемого молекулой, если энергия молекулярного перехода в расчете на 1 моль равна: а)  $0,001 \text{ ккал}$ ; б)  $1 \text{ ккал}$ ; в)  $30 \text{ ккал}$ ; г)  $100 \text{ ккал}$ . Каким спектральным диапазонам отвечают эти длины волн?

5. В каких областях спектра будут находиться спектральные линии, отвечающие энергиям ( $\text{кДж.моль}^{-1}$ ): а)  $200-800$ ; б)  $10-20$ ; в)  $0,01-0,1$ ?

6. Люминесцирующий экран поглощает ультрафиолетовое излучение с длиной волны  $280 \text{ нм}$  и светит зеленым светом с длиной волны  $508 \text{ нм}$ . Какую энергию каждый фотон передает люминесцирующему веществу?

7. При излучении фотона полная энергия атома водорода изменилась на  $2,56 \text{ эВ}$ . Какова длина волны излучаемого света?

8. При облучении паров ртути электронами энергия атома ртути увеличилась на  $4,9 \text{ эВ}$ . Какова длина волны излучения атома ртути при переходе в невозбужденное состояние?

9. Какие электронные переходы называют резонансными? Почему при определении элементов методом фотометрии пламени используют резонансные линии, соответствующие переходам с первого возбужденного уровня?

10. Почему для качественных аналитических определений рекомендуют использовать дуговой разряд, а для количественных - искровой?

11. При каком способе генерации (пламя, дуга постоянного тока, искра) спектральные линии будут шире?

12. Пригодна ли дуга постоянного тока или высоковольтная искра в качестве непламенного атомизатора в атомно-абсорбционной спектроскопии? Ответ мотивируйте.

13. Какой из методов пригоден для проведения полного качественного анализа: атомно-эмиссионный или атомно-абсорбционный?

14. Какие факторы влияют на степень атомизации вещества в пламени?

15. Какой процент атомов определяемого элемента участвует в формировании аналитического сигнала а) в пламенной эмиссионной спектроскопии, б) в атомно-абсорбционной спектроскопии в пламени?

16. Как увеличить диссоциацию оксидов и гидроксидов металлов, образующихся в пламени?

17. Как влияет ионизация атомов в пламени на результаты определения элемента а) атомно-эмиссионным методом, б) атомно-абсорбционным методом? Какими приемами можно подавить ионизацию атомов?

#### Вопросы к зачету 4 семестр

1. Какова роль атомизатора в атомно-эмиссионном и атомно-абсорбционном методах анализа?
2. Какой из спектроскопических методов обычно используют для качественного анализа и почему?
3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении фенола в сточных водах?
4. Навеску сплава меди  $0,1000 \text{ г}$  растворили в кислоте и перенесли в колбу вместимостью  $250,0 \text{ мл}$ . Для анализа отобрали  $5,0 \text{ мл}$  в колбу вместимостью  $50,0 \text{ мл}$ , добавили необходимые реактивы и довели до метки водой. Оптическая плотность полученного раствора равна  $0,350$  при длине волны  $520 \text{ нм}$  и длине кюветы  $10 \text{ мм}$ . Оптическая плотность стандартного раствора меди с концентрацией  $10 \text{ мкг/мл}$ , измеренная в аналогичных условиях, равна  $0,193$ . Вычислить массовую долю меди в сплаве.
5. Величина атомного поглощения кадмия в сточной воде составила  $0,635$ , а величина атомного поглощения стандартного раствора кадмия с концентрацией  $5 \text{ мкг/мл}$  составила  $0,508$ . Найдите концентрацию кадмия в сточной воде ( $\text{мг/л}$ ).

1. В чем принципиальное различие в оптической схеме спектрофотометров и фотоколориметров?
2. Какие спектроскопические методы можно использовать для анализа без пробоподготовки?

3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении цинка в природных водах?
  4. Навеску стали массой 0,5000 г растворили в колбе вместимостью 50,00 мл. Две пробы по 20,00 мл поместили в колбы вместимостью 50,00 мл. В одну колбу добавили раствор, содержащий 0,00300 г ванадия. В обе колбы прилили пероксид водорода и довели до метки. Вычислить массовую долю ванадия в стали, если при фотометрировании растворов получили следующие оптические плотности  $A_x = 0,200$ ,  $A_{x+ст} = 0,480$ .
  5. Два образца нефти, стандартный и анализируемый массой по 1 г разбавили в 10 раз метилизобутиленом и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Оптическая плотность линии ванадия для образца с известным содержанием ванадия 0,01 % составила 0,740 и для образца с неизвестным содержанием 0,52. Вычислить массовую долю ванадия в нефти.
1. Приведет ли к увеличению чувствительности определения увеличение интенсивности испускаемого света источником излучения в фотометрических методах анализа?
  2. Как изменилось пропускание, если оптическая плотность увеличивается в 2 раза?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении олова в консервах?
  4. Для определения никеля с диметилглиоксимом навеску стали растворили и разбавили раствор до 100,0 мл. К 5,00 мл раствора добавили необходимые реактивы, разбавили водой до 50,00 мл и фотометрировали при длине волны 470 нм и толщине поглощающего слоя 10 мм (молярный коэффициент светопоглощения равен 13000). Вычислить массу навески стали для анализа, если оптимальное значение оптической плотности равно 0,435 и массовая доля никеля в стали равна 0,5%.
  5. Два образца нефти, стандартный и анализируемый массой по 1 г разбавили в 10 раз метилизобутиленом и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Оптическая плотность линии ванадия для образца с известным содержанием ванадия 0,01 % составила 0,740 и для образца с неизвестным содержанием 0,52. Вычислить массовую долю ванадия в нефти.
1. Приведет ли к увеличению чувствительности определения увеличение интенсивности света, испускаемого источником излучения, в атомно-абсорбционном методе анализа?
  2. Как изменится оптическая плотность, если пропускание увеличится в 2 раза?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении алюминия в питьевой воде?
  4. При определении марганца в сплаве методом добавок навеску массой 0,5000 г растворили и разбавили раствор до 200,0 мл. Отобрали четыре одинаковые порции раствора и к каждой порции добавили равные объемы стандартных растворов марганца, содержащих 0; 2; 4; 6 мкг/мл марганца. На атомно-абсорбционном спектрофотометре измерили оптическую плотность для аналитической линии 279,48 нм, распыляя растворы в пламя ацетилен-воздух. Получили соответственно величины атомного поглощения 0,225; 0,340; 0,455; 0,570. Вычислить массовую долю марганца в сплаве.
  5. Самые незначительные следы меди сильно изменяют вкус сливочного масла. Предложите один из спектроскопических методов для быстрого определения меди в масле. Какой вид обработки необходим для подготовки образца к анализу?
1. Почему в методах молекулярной спектроскопии для определения металлов их переводят в комплексы с органическими лигандами, а в методах атомной спектроскопии этого не делают?
  2. Как изменится оптическая плотность, если толщину поглощающего слоя увеличить в 5 раз?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении нафталина в воздухе?
  4. Навеску стали массой 0,4600 г растворили в колбе вместимостью 50,00 мл. В две мерные колбы вместимостью 50,00 мл отобрали аликвоты по 20,0 мл. В одну колбу добавили раствор, содержащий 0,00100 г титана. В обе колбы прилили раствор пероксида водорода и довели растворы до метки. Вычислить массовую долю титана в стали, если при фотометрировании растворов получили следующие оптические плотности  $A_x = 0,200$ ;  $A_{x+ст} = 0,420$ .
  5. Какие условия следует соблюдать, чтобы при фотометрировании раствора аммиака меди получить линейную зависимость оптической плотности от концентрации?
1. В каком агрегатном состоянии должна находиться анализируемая проба в методах фотометрии, атомной абсорбции и атомной эмиссии?
  2. Что характеризует постоянный коэффициент в основном законе светопоглощения в методах фотометрии и атомной абсорбции? Какое значение он принимает?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении хрома(VI) в питьевой воде?

4. Навеску стандартного алюминиевого сплава, содержащего 12,50 % кремния массой 0,3000 г растворили в колбе вместимостью 500,0 мл. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100,0 мл поместили 5,00; 5,20; 5,40; 5,60; 5,80 и 6,00 мл этого раствора, добавили необходимые реактивы и довели до метки. Измерили оптические плотности относительно первого раствора и получили соответственно 0,105; 0,215; 0,330; 0,440; 0,550. Навеску анализируемого сплава массой 0,2500 г растворили в колбе вместимостью 500,0 мл. Пробу 5,00 мл поместили в мерную колбу 100,0 мл, добавили реактивы и измерили относительную оптическую плотность как при построении градуировочного графика, она оказалась равной 0,270. Вычислить массовую долю кремния в образце.
  5. Фотометрическое определение фосфора в виде фосформолибденованадиевой кислоты выполняют при 400 нм. Используемые реагенты – смесь метаванадата и молибдата аммония поглощают в этой же области длин волн. Как в этом случае выбирают условия фотометрирования?
1. В каких спектроскопических методах используют основной закон светопоглощения? Поясните физический смысл входящих в него величин.
  2. Каков физический смысл коэффициентов  $a$  и  $b$  в уравнении Ломакина-Шайбе. Как их учитывают при анализе.
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении ртути в природных водах?
  4. Определить массовую долю цинка в муке, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см, которая оказалась равной 0,5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора цинка с концентрацией 1 мкг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
  5. Будет ли сохраняться линейная зависимость  $A = c$ , если при разбавлении раствора происходит диссоциация  $\text{Fe}(\text{SCN})_3 = \text{Fe}(\text{SCN})_2^+ + \text{SCN}^-$ .

#### Вопросы к экзамену 4 семестр

1. Какие из элементов Li, Cs, Mo, W, Cu, Zn, As, P и Se предпочтительно определять атомно-эмиссионным, а какие атомно-абсорбционным методами?
  2. Какой способ определения концентрации фотометрическим методом предпочтительно использовать а) для анализа сточных вод неизвестного состава; б) для анализа растворов с высокой ионной силой; в) для определения высоких концентраций определяемых ингредиентов?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении кадмия в почве?
  4. Для определения железа в концентрированной серной кислоте в виде сульфосалицилата навеску помещают в колбу 100 мл, добавляют необходимые реактивы и доводят до метки водой. Измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 1 см при 420 нм (молярный коэффициент светопоглощения равен 6000. Рассчитать массу навески кислоты для анализа если оптическая плотность равна 0,435 а массовая доля железа 0,005 %.
  5. Определить массовую долю олова в томатной пасте, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см, которая оказалась равной 0,5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора олова с концентрацией 1 мкг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
1. Почему методы атомной абсорбции и атомной эмиссии отличаются высокой избирательностью?
  2. Какие методы анализа можно получить, если иметь следующие узлы прибора и материалы: УФ-источник, монохроматор, пламя, фотозлемент, анализируемый раствор, распыляющее устройство, наборы реагентов, кюветы?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении фосфатов в сточных водах?
  4. Для приготовления стандартного раствора циркония навеску  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  массой 0,3533 г растворили в 100 мл соляной кислоты. В мерные колбы 50 мл поместили 1,0; 1,2; 1,5; 1,7; 2,0 мл стандартного раствора, прибавили реактив и довели до метки водой. Измерили оптические плотности относительно первого раствора. Получили оптические плотности 0,10; 0,235; 0,33; 0,47. навеску циркониевого сплава массой 0,112 г растворили в колбе 50 мл, отобрали 2 мл, добавили реактив и довели до метки. Измерили оптическую плотность и она оказалась равной 0,32. Вычислить массовую долю циркония в сплаве.

5. Для построения градуировочного графика в координатах  $A - c$  в мерные колбы 250 мл поместили 11; 12; 13; 14 и 15 мл стандартного раствора, содержащего 1,25 мг/мл марганца и окислили марганец до перманганата. Оптическую плотность измерили относительно раствора, содержащего 12,5 мг марганца в 250 мл и получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,01. Навеску руды массой 0,5 г растворили и разбавили раствор до 1000 мл. В 50 мл фильтрата окислили марганец до перманганата и разбавили раствор до 250 мл. Измерили оптическую плотность и она оказалась равной 0,32. Вычислить массовую долю марганца в руде.
1. Укажите основные преимущества и недостатки методов атомной абсорбции и атомной эмиссии.
  2. Какой из методов более чувствителен и почему: атомно-абсорбционный или фотометрический?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении сульфатов в сточных водах?
  4. Определить массовую долю ртути в молоке, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см, которая оказалась равной 0,2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора ртути с концентрацией 1 нг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
  5. После растворения 0,25 г чугуна раствор разбавили до 100 мл. В три мерные колбы на 50 мл поместили по 25 мл этого раствора и добавили: в первую колбу стандартный раствор, содержащий 0,5 мг титана, добавили пероксид водорода, во вторую – пероксид водорода, в третью – воду (нулевой раствор). Растворы разбавили до метки водой и фотометрировали два первых раствора относительно третьего. Получили значения оптической плотности:  $A_{\lambda_{\text{ст}}} = 0,65$ ,  $A_{\lambda} = 0,25$ . Рассчитайте массовую долю титана в чугуне.
1. Можно ли методами атомной спектроскопии определять неметаллы и органические вещества? Ответ мотивируйте.
  2. Какими приемами в фотометрических методах анализа необходимо пользоваться, чтобы попасть в оптимальный интервал оптической плотности анализируемого раствора? Чему равен этот интервал?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении свинца в воздухе?
  4. Рассчитайте массовую долю кальция в молоке. Навеску молока 10 г разбавили водой до 500 мл и распыляли в пламя горелки пламенного фотометра. Получили значение силы тока 50 мА, а при распылении стандартного раствора кальция с концентрацией 10 мкг/мл – 55 мА.
  5. Определить массовую долю магния в сухофруктах, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см, которая оказалась равной 0,2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора магния с концентрацией 1 мкг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
1. В каких случаях в методах атомной спектроскопии используется пламенный и беспламенный атомизаторы?
  2. Как изменится оптическая плотность, если интенсивность светового потока источника излучения увеличить в 2 раза?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении мышьяка в почве?
  4. Определить массовую долю марганца в сухофруктах, если навеску 50 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см, которая оказалась равной 0,2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора марганца с концентрацией 1 мкг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
  5. Два образца нефти, стандартный и анализируемый массой по 1 г разбавили в 10 раз метилизобутилкеном и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Оптическая плотность линии ванадия для образца с известным содержанием ванадия 0,01 % составила 0,740 и для образца с неизвестным содержанием 0,52. Вычислить массовую долю ванадия в нефти.
1. В чем принципиальное различие методов молекулярной абсорбции и атомной абсорбции?
  2. Изменится ли оптическая плотность, если светопропускание увеличить в 3 раза?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении никеля в почве?

4. Рассчитайте массовую долю ртути в молоке, определяемую методом атомной абсорбции. Навеску молока 10 г разбавили водой до 500 мл и распыляли в пламя горелки атомно-абсорбционного спектрофотометра. Получили значение оптической плотности 0,12, а при распылении стандартного раствора ртути с концентрацией 1 нг/мл – 0,15.
  5. Определить массовую долю молибдена в сухофруктах, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см, которая оказалась равной 0,2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора молибдена с концентрацией 1 мкг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
1. В чем принципиальное различие методов молекулярной эмиссии и атомной эмиссии?
  2. Какие спектроскопические методы универсальны и избирательны?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении кремния в воде?
  4. Рассчитайте массовую долю кальция в молоке. Навеску молока 10 г разбавили водой до 500 мл и распыляли в пламя горелки пламенного фотометра. Получили значение силы тока 50 мА, а при распылении стандартного раствора кальция с концентрацией 10 мкг/мл – 55 мА.
  5. Определить массовую долю магния в сухофруктах, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см, которая оказалась равной 0,2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора магния с концентрацией 1 мкг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
1. Почему метод атомной абсорбции используют преимущественно для определения металлов?
  2. Можно ли проводить качественный анализ методами фотометрии и атомной
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении бора в природной воде?
  4. Определить массовую долю кальция в твороге, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см, которая оказалась равной 0,4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора кальция с концентрацией 1 мг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см. Получили оптические плотности 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0.
  5. После растворения 0,25 г чугуна раствор разбавили до 100 мл. В три мерные колбы на 50 мл поместили по 25 мл этого раствора и добавили : в первую колбу стандартный раствор, содержащий 0,5 мг титана, добавили пероксид водорода, во вторую – пероксид водорода, в третью – воду (нулевой раствор). Растворы разбавили до метки водой и фотометрировали два первых раствора относительно третьего. Получили значения оптической плотности:  $A_{\lambda_{\text{ст}}} = 0,65$ ,  $A_{\lambda} = 0,25$ . Рассчитайте массовую долю титана в чугуне.
1. Какие спектроскопические методы можно использовать для определения органических веществ и почему?
  2. В каких случаях используют дифференциальную фотометрию? В чем ее преимущества и недостатки?
  3. Какому спектроскопическому методу вы отдадите предпочтение и почему при определении лития в сточных водах?
  4. Определить массовую долю стронция в молоке, если навеску 10 г озолили и золу растворили в колбе на 100 мл. Для анализа отобрали 10 мл полученного раствора добавили необходимые реактивы, разбавили до 50 мл и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см, которая оказалась равной 0,1. Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 50 мл ввели 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора стронция с концентрацией 1 мкг/мл, добавили необходимые реактивы, довели колбы до метки водой и измерили оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 см. Получили оптические плотности 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5.
  5. Два образца нефти, стандартный и анализируемый массой по 1 г разбавили в 10 раз метилэтилкетаном и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Оптическая плотность линии ванадия для образца с известным содержанием ванадия 0,01 % составила 0,740 и для образца с неизвестным содержанием 0,52. Вычислить массовую долю ванадия в нефти.

## Перечень лабораторных работ

### **3 семестр**

1. Общие и характерные реакции ионов.
2. Идентификация катионов дробным способом в растворе заданной смеси нитратов.
3. Дробная идентификация анионов в смеси.
4. Дробная идентификация ионов в водном растворе.
5. Анализ неорганического объекта
7. Качественный функциональный анализ неорганических соединений
8. Разделение и идентификация ионов методом одномерной восходящей хроматографии.
9. Разделение и идентификация ионов методом круговой хроматографии.
10. Полуколичественное определение никеля методом осадочной хроматографии
11. Определение меди методом осадочной хроматографии
12. Тест-метод определения витамина С в овощах и фруктах
13. Тест-метод определения меди в сточных водах
14. Тест-метод определения железа и меди в природных водах
15. Полуколичественное определение содержания кислот
16. Полуколичественное определение паров бензина в воздухе с помощью тест-трубок.
17. Полуколичественное определение паров этанола в воздухе с помощью индикаторных трубок
18. Гравиметрическое определение никеля с диметилглиоксимом.
19. Приготовление раствора кислоты и его стандартизация.
20. Титриметрическое определение щелочи и карбоната натрия при их совместном присутствии.
21. Приготовление раствора тиосульфата натрия и его стандартизация.
22. Иодометрическое определение меди.
23. Приготовление раствора ЭДТА и его стандартизация.
24. Комплексометрическое определение цинка.
25. Комплексометрическое определение жесткости воды.

### **4 семестр**

1. Определение рН растворов. Определение констант диссоциации уксусной кислоты и аммиака потенциометрическим методом.
2. Определение меди методом амперометрического титрования.
3. Автоматическое потенциометрическое титрование.
4. Кондуктометрический анализ смеси серной кислоты и сульфата меди.
5. Определение химических элементов методами атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектроскопии.
6. Спектрофотометрическое определение алюминия с хромазуролом S.
7. Фотометрическое определение железа с сульфосалициловой кислотой.
8. Определение меди в виде аммиаката дифференциальной фотометрией.
9. Фотометрическое определение никеля.
10. Фототурбидиметрическое определение сульфатов.
11. Определение структуры вещества по его ИК-спектру.
12. Ионметрическое определение фторидов или нитратов.
13. Хроматографическое определение этилацетата и этанола.
14. Выбор метода анализа реального объекта.
15. Пробоотбор и пробоподготовка реального объекта к анализу.
16. Определение вещества "X" в реальном объекте. Математическая обработка результатов анализа.

**7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ (ИНТЕРНЕТ-РЕСУРСЫ) ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ**

№ п/п	Название и выходные данные (автор, вид издания, издательство, издания, количество страниц)	Год издания	Количество экземпляров в библиотеке университета	Наличие в электронной библиотеке ВлГУ	Количество студентов, использующих указанную литературу	Обеспеченность студентов литературой, %
<b>Основная литература</b>						
1	Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: практикум учебное пособие / Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. 120 с.	2012	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html</a>	20	100
2	Справочное руководство по аналитической химии и физико-химическим методам анализа Учеб. пособие / И.В. Тикунова, Н.В. Дробницкая, А.И. Артеменко и др. - М. : Абрис, 2012.	2012	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785437200759.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785437200759.html</a>	20	100
3	Аналитическая химия : учеб. для студ. учреждений высш. проф. образования / В.И.Вершинин, И.В.Власова, И. А. Никифорова. — М. : Издательский центр «Академия», 2011. — 448 с.	2011	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785769562921.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785769562921.html</a>	20	100
<b>Дополнительная литература</b>						
1	Кристиан Г. Аналитическая химия: в 2 томах. / пер. с англ. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. - N.1- 623 с., Т. 2. - 504 с.	2009	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743890.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743890.html</a> <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>	20	100

2	Основы аналитической химии. В 2-х кн. /Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высш. шк., 2007.	2007	30	-		20	100
3	Пругло Г.Ф., Комиссаренков А.А., Фёдоров В.А. Оптические методы анализа: учебно-методическое пособие. - СПб.: СПбГТУРП, 2010. -52 с.	2010	-		<a href="http://www.studentlibrary.ru/book">http://www.studentlibrary.ru/book</a> <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>	20	100
4	Нечипоренко А.П. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. Электрохимические методы. Потенциометрия и кондуктометрия: Учеб.-метод. пособие / Под ред. В.В. Кириллова. – СПб.: НИУ ИТМО; ИХиБТ, 2013. – 34 с	2013	-		<a href="http://www.studentlibrary.ru/book">http://www.studentlibrary.ru/book</a> <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>	20	100
5	Хенце Г. Полярграфия и вольтамперометрия. Теоретические основы и аналитическая практика / пер. с нем. А.В. Гармаша и А.И. Каменева. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2008. - 284 с.	2008	-		<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743579.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743579.html</a>  <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>	20	100
6	Харитонов Ю.А. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. Учебник для ВУЗов. М.: Высшая школа, 2007. 616с.	2007	-		<a href="http://www.studentlibrary.ru/book">http://www.studentlibrary.ru/book</a>  <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>	20	100

## 8. МАТЕРИАЛЬНО - ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

### 1. Теоретический курс.

лекции: презентации (диск)

### 2. Практикум

1. Весы аналитические, технические.
2. Спектрофотометр СФ-46.
3. Фотоколориметры КФК-2, КФК-2МП.
4. Иономеры И130, Эксперт, Аквилон.



5. Атомно-абсорбционный спектрометр «Квант Z-ЭТА» с программным обеспечением и набором ламп.
6. Газовый хроматограф «Кристалл» с детекторами по теплопроводности, электронному захвату и капиллярными колонками.
7. Оборудование для тонкослойной хроматографии.
8. ИК-спектрометр.
9. Анализатор ртути.
10. Пламенный фотометр ПФМ.
11. Мерная посуда, ступки для пробоподготовки из агата и яшмы, чашки, тигли из платины, кварца, стеклоуглерода.
- 12.Центрифуга.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению 04.03.01 Химия

Рабочую программу составил Амелин В.Г. д.х.н. проф. Амелин В.Г.

Рецензент

Большаков Д.С. к.х.н., ст.н.с. лаборатории химического анализа ФГБУ ВНИИЗЖ  
Большаков Д.С.

Программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры Химии  
протокол № 7/1 от 14.04 2015 года.

Заведующий кафедрой Кухтин Б.А. Кухтин Б.А.

Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании учебно-методической комиссии направления 04.03.01 Химия  
протокол № 7/1 от 14.04 2015 года.

Председатель комиссии Кухтин Б.А.

**Лист переутверждения  
рабочей программы дисциплины**

Рабочая программа одобрена на 2015/2016 учебный год  
Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_  
Протокол заседания кафедры № 1 от 31.08.15 года.  
Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Рабочая программа одобрена на 2016/2017 учебный год  
Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_  
Протокол заседания кафедры № 1/1 от 5.09.16 года.  
Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Рабочая программа одобрена на \_\_\_\_\_ учебный год  
Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_  
Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года.  
Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_