

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФГБОУ ВО Иркутский государственный аграрный
университет имени А.А.Ежевского

Современные методы аналитических определений

**Методические указания по изучению дисциплины
и выполнению контрольных работ**

**35.04.03 Агрохимия и агропочвоведение
заочная форма обучения**

Молодежный 2020

УДК 546 + 547] (075.8)
П 449

Печатается по решению методической комиссии агрономического факультета Иркутского государственного аграрного университета им. А.А. Ежевского; протокол № 4 от 15 декабря 2020 года

Подшивалова А.К.

Современные методы аналитических определений. Методические указания по изучению дисциплины и выполнению контрольных работ. Направление подготовки 35.04.03 Агрохимия и агропочвоведение; заочная форма обучения / А.К. Подшивалова; Иркут. гос. аграр. ун-т им. А.А. Ежевского. Молодежный: Изд-во ИрГАУ, 2020. - 11 с.

Рецензент:

Рябинина О.В., кандидат биологических наук, доцент кафедры земледелия и растениеводства

© ФГБОУ ВО Иркутский государственный аграрный университет им. А.А. Ежевского, 2020

© А. К. Подшивалова. 2020

Задания для контрольной работы

Из каждого раздела (разделы 1-8) необходимо выполнить одно задание в соответствии с последней цифрой номера зачетной книжки. Например, если номер заканчивается цифрой 5, то задание 5 из каждого раздела; если номер заканчивается цифрой 0, то задание 10.

Раздел 1. Аналитическая химия и химический анализ. Метрологические основы химического анализа

1. Виды анализа: качественный и количественный; изотопный, элементный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый анализ; валовый (локальный), деструктивный (недеструктивный), дискретный (непрерывный), контактный (дистанционный);

2. Макро-, полумикро-, микро- и ультрамикрoанализ. Химические, физические и биологические методы анализа. Классические, инструментальные методы анализа. Основные этапы химического анализа. Выбор метода анализа и составление схем анализа. Объекты анализа.

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

4. Аналитический сигнал и помехи. Контрольный опыт. Абсолютные (безэталонные) и относительные методы анализа. Единичные и параллельные определения.

5. Способы определения содержания вещества по данным аналитических измерений (метод градуировочного графика, метод стандартов, метод добавок).

6. Основные характеристики метода анализа: точность (правильность и воспроизводимость), чувствительность (коэффициент чувствительности, предел обнаружения, нижняя и верхняя границы определяемых содержаний) и селективность.

7. Погрешности химического анализа: абсолютные и относительные; систематические и случайные; грубые промахи. Погрешности отдельных стадий химического анализа.

8. Способы оценки правильности: применение стандартных образцов, метод добавок, метод варьирования навесок, сопоставление с другими методами. Стандартные образцы, их изготовление, аттестация и использование.

9. Статистическая обработка результатов измерений Некоторые понятия математической статистики: объём выборки (генеральная и выборочная совокупность); среднее, дисперсия, стандартное отклонение, относительное стандартное отклонение, доверительная вероятность, доверительный интервал. Сходимость и повторяемость. Оценка допустимого расхождения результатов параллельных определений. Сравнение дисперсий и средних двух методов анализа.

10. Требования к метрологической оценке в зависимости от объекта и цели анализа. Способы повышения воспроизводимости и правильности анализа.

Раздел 2. Методы выделения, разделения и концентрирования

1. Основные методы разделения и концентрирования, их роль в химическом анализе. Сочетание методов разделения и концентрирования с методами определения; гибридные методы.

2. Одноступенчатые и многоступенчатые процессы разделения. Константы распределения. Коэффициент распределения. Степень извлечения. Фактор разделения. Коэффициент концентрирования.

3. Методы экстракции. Теоретические основы методов. Закон распределения Нернста-Шилова. Классификация экстракционных процессов. Скорость экстракции.

4. Типы экстракционных систем: неионизированные соединения (молекулярные вещества, хелатные соединения, комплексы металлов со смешанной координационной сферой, включающей неорганический лиганд и нейтральный экстракционный реагент) и ионные ассоциаты (металлсодержащие кислоты и их соли, минеральные кислоты, координационно-несольватированные ионные ассоциаты, гетерополисоединения, экстрагируемые кислородсодержащими растворителями, прочие ионные ассоциаты).

5. Условия экстракции неорганических и органических соединений. Реэкстракция. Природа и характеристика экстрагентов. Разделение и концентрирование элементов методом экстракции.

6. Основные органические реагенты, используемые для разделения элементов методом экстракции. Селективное разделение элементов методом подбора органических растворителей, изменения рН водной фазы, маскирования и демаскирования.

7. Методы осаждения и соосаждения. Применение неорганических и органических реагентов для осаждения.

8. Способы разделения осаждением либо растворением при различных значениях pH, за счет образования комплексных соединений и применения окислительно-восстановительных реакций.

9. Групповые реагенты и предъявляемые к ним требования. Характеристики малорастворимых соединений, наиболее часто используемых в анализе. Концентрирование микроэлементов соосаждением на неорганических и органических носителях (коллекторах).

10. Другие методы. Отгонка (дистилляция, возгонка). Ионный обмен. Понятие об электрофорезе.

Раздел 3. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки

1. Представительность пробы; взаимосвязь с объектом и методом анализа.

2. Факторы, обуславливающие размер и способ отбора представительной пробы

3. Отбор проб гомогенного и гетерогенного состава. Способы получения средней пробы твёрдых, жидких и газообразных веществ; устройства и приёмы, используемые при этом.

4. Первичная обработка и хранение проб; дозирующие устройства.

5. Основные способы перевода пробы в форму, необходимую для конкретного вида анализа: растворение в различных средах.

6. Основные способы перевода пробы в форму, необходимую для конкретного вида анализа: спекание, сплавление, разложение под действием высоких температур.

7. Основные способы перевода пробы в форму, необходимую для конкретного вида анализа: разложение под действием давления, высокочастотного разряда; комбинирование различных приёмов;

8. Особенности разложения органических соединений.

9. Способы устранения и учёта загрязнений и потерь компонентов при пробоподготовке.

10. Особенности пробоподготовки твёрдых, жидких и мягких лекарственных форм в фармацевтическом анализе.

Раздел 4. Хроматографические методы анализа. Основные понятия

1. Определение хроматографии. Понятие о подвижной и неподвижной фазах.
2. Классификация методов по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз.
3. Классификация методов по механизму разделения.
4. Классификация методов по технике выполнения.
5. Классификация методов по цели и задачам анализа.
6. Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный).
7. Основные параметры хроматограммы.
8. Основное уравнение хроматографии.
9. Селективность и эффективность хроматографического разделения.
10. Качественный и количественный хроматографический анализ.

Раздел 5. Разновидности хроматографического метода анализа

1. Газовая хроматография. Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) и газожидкостная хроматография. Сорбенты и носители, требования к ним. Механизм разделения.
2. Схема газового хроматографа. Колонки. Детекторы, их чувствительность и селективность. Понятие о хроматомасс-спектрометрии. Области применения газовой хроматографии. Достоинства и недостатки газовой хроматографии.
3. Жидкостная колоночная хроматография. Виды жидкостной хроматографии. Преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).
4. Схема жидкостного хроматографа. Насосы, колонки. Основные типы детекторов, их чувствительность и селективность. Достоинства и недостатки ВЭЖХ.
5. Адсорбционная и распределительная жидкостная хроматография. Нормально-фазовый и обращено-фазовый варианты. Полярные и неполярные неподвижные фазы и принципы их выбора.

6. Модифицированные силикагели как сорбенты. Подвижные фазы и принципы их выбора. Области применения жидкостной хроматографии.

7. Ионная и ионообменная хроматография. Строение и физико-химические свойства ионообменников. Ионообменное равновесие. Селективность ионного обмена и факторы его определяющие. Области применения ионообменной хроматографии.

8. Особенности строения и свойства сорбентов для ионной хроматографии. Одноколоночная и двухколоночная ионная хроматография, их преимущества и недостатки. Ионохроматографическое определение катионов и анионов.

9. Тонкослойная хроматография. Механизмы разделения. Сорбенты и подвижные фазы. Области применения.

10. Бумажная хроматография. Механизмы разделения. Требования к бумаге для проведения хроматографического анализа. Подвижные фазы. Области применения. Использование различных хроматографических методов в фармацевтическом анализе.

Раздел 6. Электрохимические методы анализа

1. Общая характеристика методов. Классификация. Электрохимические ячейки. Индикаторные электроды и электроды сравнения.

2. Равновесные и неравновесные электрохимические системы. Явления, возникающие при протекании тока (омическое падение напряжения, концентрационная и кинетическая поляризация).

3. Потенциометрия. Прямая потенциометрия. Измерение потенциала. Обратимые и необратимые окислительно-восстановительные системы.

4. Индикаторные электроды: металлические и ионселективные. Ионметрия. Классификация ионселективных электродов. Уравнение Никольского-Эйзенмана. Характеристики ионселективных электродов: электродная функция, крутизна электродной функции, предел обнаружения, потенциометрический коэффициент селективности, время отклика.

5. Примеры практического применения ионметрии. Определение pH, ионов щелочных и щелочноземельных металлов, галогенид-ионов и нитрат-ионов.

6. Потенциометрическое титрование. Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования в реак-

циях: кислотно-основных, комплексообразования. Примеры практического применения.

7. Потенциометрическое титрование. Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования в реакциях: окисления-восстановления; процессах осаждения. Примеры практического применения.

8. Кулонометрия. Теоретические основы метода. Законы Фарадея. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование.

9. Условия проведения кулонометрических измерений при постоянном потенциале и постоянном токе. Способы определения количества электричества в прямой кулонометрии и кулонометрическом титровании. Внешняя и внутренняя генерация кулонометрического титранта. Титрование электроактивных и электронеактивных компонентов. Определение конечной точки титрования.

10. Преимущества и ограничение метода кулонометрического титрования по сравнению с другими титриметрическими методами. Применение кулонометрического титрования для определения малых количеств кислоты и щёлочи, тиосульфата натрия, окислителей-ионов металлов, воды.

Раздел 7. Спектроскопические методы анализа

1. Место и роль спектроскопических методов в аналитической химии и химическом анализе. Сравнительная характеристика чувствительности и избирательности, областей применения спектроскопических методов.

2. Электромагнитное излучение и его характеристики. Спектр электромагнитного излучения. Основные типы взаимодействия вещества с излучением: поглощение, эмиссия (тепловая, люминесценция), рассеяние, светопреломление, отражение.

3. Классификация спектроскопических методов по энергии. Классификация спектроскопических методов на основе спектра электромагнитного излучения и объекта: атомная, молекулярная, абсорбционная, эмиссионная спектроскопия.

4. Законы испускания и поглощения, уравнения Эйнштейна. Вероятности переходов и времена жизни возбуждённых состояний.

5. Основные виды светорассеяния (Релея-Ми и Гиндаля), комбинационное рассеяние. Основные законы поглощения (Бугера-Ламберта) и излучения элек-

ромагнитного излучения (Больцмана, Мозли). Связь аналитических сигналов с концентрацией определяемого соединения.

6. Спектры атомов. Основные и возбуждённые состояния атомов, характеристики состояний. Характеристики атомных спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, ширина. Факторы, влияющие на ширину атомных линий.

7. Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Представление о полной энергии молекул как суммы электронной, колебательной и вращательной. Связь химической структуры соединения с молекулярными спектрами. Функциональный анализ по колебательным и электронным спектрам.

8. Аппаратура. Источники излучения. Способы монохроматизации электромагнитного излучения. Классификация спектральных приборов, их характеристики. Приёмники излучения. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум; оценка минимального аналитического сигнала.

9. Методы атомной оптической спектроскопии. Атомно-эмиссионный метод. Методы атомно-эмиссионной спектроскопии.

10. Эмиссионная фотометрия пламени, атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой, искровая атомно-эмиссионная спектроскопия и их сравнение. Метрологические характеристики и аналитические возможности.

Раздел 8. Комплексные практические задания

1. В ряде регионов России, где в водных источниках присутствуют хотя бы в небольших количествах органические соединения, нельзя использовать хлор для обеззараживания питьевой воды. Обоснуйте этот факт. Обоснуйте возможность использования озона для обеззараживания воды. Сопоставьте химическую активность хлора и озона. Охарактеризуйте химизм процесса обеззараживания воды хлором и озоном

2. Повышение температуры воды приводит к уменьшению в ней концентрации кислорода (почему?). Объясните, почему в случае хлора наблюдается обратная зависимость? Какой способ Вы можете предложить для уменьшения концентрации хлора в питьевой воде?

3. Почему вода, в отличие от других жидких веществ, характеризуется понятием «структура»? Объясните изменение свойств воды с изменением температуры и при растворении веществ. Почему эти факторы могут существенно влиять на обменные процессы в живом организме?

4. Деятельность цеха по производству щелочей на Усольском предприятии «Химпром» нанесла существенный экологический вред Иркутской области, а именно способствовала попаданию значительных количеств ртути с грунтовыми водами в Ангару и затем в Братское водохранилище. Обоснуйте, почему попадание ртути именно в Братское водохранилище в перспективе может грозить жителям близлежащих районов болезнью Минамата? Какие способы предотвращения этой экологической катастрофы Вы бы предложили?

5. Обоснуйте (с указанием химизма процесса) дезинфицирующее и отбеливающее действие пероксидов. В чем причина вредного воздействия свободнорадикального кислорода на живые организмы?

6. В ряде регионов России, где в водных источниках присутствуют хотя бы в небольших количествах органические соединения, нельзя использовать хлор для обеззараживания питьевой воды. Обоснуйте этот факт. Обоснуйте возможность использования озона для обеззараживания воды. Сопоставьте химическую активность хлора и озона. Охарактеризуйте химизм процесса обеззараживания воды хлором и озоном

7. Повышение температуры воды приводит к уменьшению в ней концентрации кислорода (почему?). Объясните, почему в случае хлора наблюдается обратная зависимость? Какой способ Вы можете предложить для уменьшения концентрации хлора в питьевой воде?

8. Почему вода, в отличие от других жидких веществ, характеризуется понятием «структура»? Объясните изменение свойств воды с изменением температуры и при растворении веществ. Почему эти факторы могут существенно влиять на обменные процессы в живом организме?

9. Деятельность цеха по производству щелочей на Усольском предприятии «Химпром» нанесла существенный экологический вред Иркутской области, а именно способствовала попаданию значительных количеств ртути с грунтовыми водами в Ангару и затем в Братское водохранилище. Обоснуйте, почему попадание ртути именно в Братское водохранилище в перспективе может грозить жителям близлежащих районов болезнью Минамата? Какие способы предотвращения этой экологической катастрофы Вы бы предложили?

10. Обоснуйте (с указанием химизма процесса) дезинфицирующее и отбеливающее действие пероксидов. В чем причина вредного воздействия свободнорадикального кислорода на живые организмы?

Перечень учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины:

Основная литература:

1. Цитович, И.К. Курс аналитической химии: учеб. для вузов / И. К. Цитович.- 7-е изд., стер. - СПб.: Лань, 2004. - 496 с.
2. Егоров, В.В. Неорганическая и аналитическая химия. Аналитическая химия: учебник / В.В. Егоров, Н.И. Воробьева, И.Г. Сильвестрова. — Санкт-Петербург : Лань, 2014. — 144 с. — ISBN 978-5-8114-1602-8. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система «Лань» : [сайт]. — URL: <https://e.lanbook.com/book/45926> — Режим доступа: для авториз. пользователей.
3. Кусакина, Н.А. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа : учебное пособие / Н.А. Кусакина, Т.И. Бокова, Г.П. Юсупова. — Новосибирск : НГАУ, 2010. — 118 с. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система «Лань» : [сайт]. — URL: <https://e.lanbook.com/book/4555> — Режим доступа: для авториз. пользователей.

Дополнительная литература:

1. Егоров, В.В. Экологическая химия : учебное пособие / В.В. Егоров. — 2-е изд., стер. — Санкт-Петербург : Лань, 2017. — 184 с. — ISBN 978-5-8114-0897-9. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система «Лань» : [сайт]. — URL: <https://e.lanbook.com/book/90160> — Режим доступа: для авториз. пользователей.

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети Интернет, необходимых для освоения дисциплины:

1. <https://www.edu.ru/> - Федеральный портал "Российское образование"
2. <https://window.edu.ru/> - Наиболее обширная электронная база учебников и методических материалов на сайте информационной системы "Единое окно доступа к образовательным ресурсам"
3. <https://lib/library>
4. <https://www.it-kniga.com>