



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ОП

(подпись)

Реутов В.А.
(Ф.И.О. рук. ОП)
13 июля 2018 г.



«УТВЕРЖДАЮ»
Заведующий базовой кафедрой
химических и ресурсосберегающих технологий
(название кафедры)

(подпись)

Реутов В.А.
(Ф.И.О. зав. каф.)
13 июля 2018 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ

Анализ объекта

Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология
профиль «Технология химических и нефтеперерабатывающих производств»
Форма подготовки очная

курс 2 семестр 3
лекции час.
практические занятия час.
лабораторные работы 54 час.
в том числе с использованием МАО лек. час/пр. - /лаб. 18 час.
всего часов аудиторной нагрузки 54 час.
в том числе с использованием МАО 18 час.
самостоятельная работа 54 час.
в том числе на подготовку к экзамену час.
контрольные работы (количество)
курсовая работа/курсовой проект нет
зачет 3 семестр

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями образовательного стандарта, самостоятельно устанавливаемого ДВФУ, утвержденного приказом ректора от 21.10.2016 № 12 13 2030.

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры физической и аналитической химии ШЕН, протокол № от « » 201 г.

Заведующий кафедрой д.х.н., профессор Кондриков Н.Б.
Составитель: к.х.н., доцент Мягчилов А.В.

Оборотная сторона титульного листа

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры / академического департамента:

Протокол от " 29 " мая 2019 г. № 07

Заведующий базовой кафедрой химических и ресурсосберегающих технологий

В. А. Реутов
(подпись) (И.О. Фамилия)

Пересмотреть две 2019 г. кафедры



II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры (академического департамента):

Протокол от " _____ " _____ 20 _____ г. № _____

Заведующий базовой кафедрой химических и ресурсосберегающих технологий

В. А. Реутов
(подпись) (И.О. Фамилия)

ABSTRACT

Bachelor's degree in 18.03.01 Chemical technology

Study profile: Technology of oil processing and chemical production

Course title: Object analysis

Facultative courses, 3 credits

Instructor: Milagilov A.V.

Learning outcomes:

- ability and willingness to use the basic laws of natural Sciences in professional activities (GPC-1);
- ability and willingness to carry out the technological process in accordance with the regulations and use technical means to measure the main parameters of the technological process, the properties of raw materials and products (PC-1);
- ability to analyze raw materials, materials and finished products, to evaluate the results of the analysis (PC-10);
- ability to plan and carry out physical and chemical experiments, to process their results and to estimate errors, to put forward hypotheses and to establish limits of their application, to apply methods of the mathematical analysis and modeling, theoretical and experimental research (PC-19);
- readiness to carry out standard and certification tests of materials, products and technological processes (PC-20).

Course description:

The content of the discipline covers a range of issues related to the representation of the features of the objects of analysis; modern methods used for the analysis of various real objects: water, air, soil; approaches to the selection of the most effective methods for determining the components of the analyzed objects in accordance with the task; qualified application of the selected methods and techniques in practice.

Main course literature:

1. Drugov, YU. S. Probopodgotovka v ekologicheskom analize : prakticheskoe rukovodstvo / YU. S. Drugov, A. A. Rodin- M. : BINOM. Laboratoriya znaniy, 2009. - 855 s. EK NB DVFU:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:277664&theme=FEFU>

2. Moskvin, L. N. Metody razdeleniya i koncentrirovaniya v analiticheskoy himii/ L. N. Moskvin, O. V. Rodinkov.; Dolgoprudnyj : Intellekt , 2012.- 348s. EK NB DVFU:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:663913&theme=FEFU>

3. Zenkevich, I. G. Analiticheskaya himiya : uchebnik dlya vuzov . v 3 t. : t. 2 . Metody razdeleniya veshchestv i gibridnye metody analiza / I. G. Zenkevich, L.

A. Karcova, L. N. Moskvina i dr. ; pod red. L. N. Moskvina. Moskva : Akademiya , 2008.- 300s. EK NB DVFU:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:416081&theme=FEFU>

4. Zagorskina, N. V. Fenol'nye soedineniya : fundamental'nye i prikladnye aspekty / Rossijskaya akademiya nauk, Institut fiziologii rastenij ; otv. red : N. V. Zagorskina, E. B. Burlakova. Moskva : Nauchnyj mir , 2010.-399s. EK NB DVFU:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:404983&theme=FEFU>

5. Gus'kova, V.P. Analiticheskaya himiya. Fiziko-himicheskie metody analiza [Elektronnyj resurs] : uchebnoe posobie / V.P. Gus'kova, L.S. Sizova, N.V. YUnnikova [i dr.]. — Elektron. dan. — Kemerovo : KemTIPP (Kemerovskij tekhnologicheskij institut pishchevoj promyshlennosti), 2007. — 96 s. EBS «Elanbook.com»:

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=4591

6. Analiticheskaya himiya. Analitika 1. Obshchie teoreticheskie osnovy. Kachestvennyj analiz : uchebnik / YU. YA. Haritonov. - 6-e izd., ispr. i dop. - M. : GEOTAR-Media, 2014. - 688 s. EBS «Konsul'tant studenta»:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429341.html>

7. Analiticheskaya himiya. Analitika 2. Kolichestvennyj analiz. Fiziko-himicheskie (instrumental'nye) metody analiza : uchebnik / YU. YA. Haritonov. - 6-e izd., ispr. i dop. - M. : GEOTAR-Media, 2014. - 656 s. EBS «Konsul'tant studenta»:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html>

8. Analiticheskaya himiya. Kolichestvennyj analiz. Fiziko-himicheskie metody analiza: praktikum: uchebnoe posobie. Haritonov YU.YA., Dzhabarov D.N., Grigor'eva V.YU. 2012. - 368 s.EBS «Konsul'tant studenta»:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html>

АННОТАЦИЯ

Дисциплина «Анализ объекта» разработана для бакалавров 2 курса направления 18.03.01 «Химическая технология» профиль «Технология химических и нефтеперерабатывающих производств» в соответствии с требованиями ОС ВО ДВФУ по данному направлению.

Курс «Анализ объекта» относится к разделу Б1.Б.6.2 базовой части учебного плана. Общая трудоемкость освоения дисциплины составляет 3 зачетных единиц, 108 часов. Учебным планом предусмотрены лабораторные занятия (54 час.) и самостоятельная работа (54 час.). Дисциплина реализуется в 3 семестре 2 курса.

Дисциплина «Анализ объекта» логически и содержательно связана с такими курсами, как «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа», «Органическая химия», «Физическая химия» и другими химическими дисциплинами.

Содержание дисциплины охватывает круг вопросов, связанных с представлением об особенностях объектов анализа; современных методов, применяемых для анализа различных реальных объектов: вод, воздуха, почв; подходам к выбору наиболее эффективных методов определения компонентов анализируемых объектов в соответствии с поставленной задачей; квалифицированному применению выбранных методов и методик на практике.

Цель дисциплины: изучение основных методов лабораторного и промышленного аналитического контроля важнейших объектов анализа: минерального сырья и продукции металлургических производств, природных и сточных вод, почв, биологических объектов.

Задачи дисциплины:

- Формирование у студентов знаний о современных методах анализа, используемых для идентификации и определения различных соединений при анализе минерального сырья, почв, состава природных и сточных вод, биологических объектов.

– Формирование химических, а также обще-познавательных умений: проводить литературный поиск методик анализа различных объектов; Выполнять самостоятельно определения отдельных компонентов в анализируемом объекте, работать на приборах, используемых в серийных аналитических определениях в лабораториях; обрабатывать результаты аналитического эксперимента; выявлять и оценивать случайные ошибки аналитического определения; использовать метрологические характеристики для представления полученного материала.

В результате изучения данной дисциплины у студентов формируются следующие общепрофессиональные (ОПК) и профессиональные (ПК) компетенции (элементы компетенций).

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-1 способностью и готовностью использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности	Знает	основные положения теории ионных равновесий применительно к реакциям кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного и комплексометрического характера;
	Умеет	проводить соответствующие расчеты и готовить растворы заданной концентрации, рассчитывать рН растворов солей, оснований, кислот; готовить и стандартизировать растворы аналитических реагентов.
	Владеет	навыками приготовления растворов заданной концентрации, определения рН растворов солей, оснований, кислот;
ПК-1 способностью и готовностью осуществлять технологический процесс в соответствии с регламентом и использовать технические средства для измерения основных параметров технологического процесса, свойств сырья и продукции	Знает	основные понятия и законы, лежащие в основе аналитической химии.
	Умеет	успешное и систематическое умение подбирать, переводить и реферировать литературу по аналитической химии, обрабатывать и интерпретировать полученные в результате эксперимента данные, определять тенденции и формулировать предложения по организации работ
	Владеет	успешное и систематическое применение практических навыков основами планирования, организации и проведения эксперимента, представления экспериментальных данных, регистрации и обработки результатов анализа
ПК-10 способностью проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа	Знает	современные методы обработки и представления результатов анализа
	Умеет	представлять полученные в результате анализа результаты. Обобщать и делать выводы по проделанной работе
	Владеет	навыками владения современными средствами обработки и хранения данных. Современным программы обеспечением методов статистических и метрологических

		расчетов.
ПК-19 способностью планировать и проводить физические и химические эксперименты, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования	Знает	основные химические и физико-химические методы анализа, их сущность, теоретические основы; метрологические характеристики методов анализа.
	Умеет	осуществлять химический эксперимент, анализировать и интерпретировать полученные результаты анализа.
	Владеет	основными химическими и физико-химическими методами анализа (титриметрия, гравиметрия, спектрофотометрия); навыками работы на приборах для инструментального анализа.
ПК-20 готовностью проводить стандартные и сертификационные испытания материалов, изделий и технологических процессов	Знает	Сформированные и систематические знания основных принципов планирования, организации и проведения эксперимента и представления экспериментальных данных, регистрации и обработки результатов анализа
	Умеет	Успешное и систематическое умение практически планировать, организовывать и проводить эксперимент, представлять экспериментальные данные, регистрировать и обрабатывать результаты анализа
	Владеет	Успешное и систематическое применение практических навыков основами планирования, организации и проведения эксперимента, представления экспериментальных данных, регистрации и обработки результатов анализа

Для формирования вышеуказанных компетенций в рамках дисциплины «Анализ объекта» применяется следующий метод активного обучения: работа в малой группе.

I. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Лекции по дисциплине «Анализ объекта» не предусмотрены учебным планом.

II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Лабораторные работы (54 час.)

Лабораторная работа №1. Протолитометрия. Определение карбонатной щелочности в природной воде (5 час.)

Лабораторная работа №2. Дихроматометрия. Определение железа в железной руде (5 час.)

Лабораторная работа №3. Иодометрия. Определение меди в медно-цинковом сплаве (5 час.)

Лабораторная работа №4. Комплексонометрия. Определение Ca^{2+} и Mg^{2+} в природной воде (5 час.)

Лабораторная работа №5. Комплексонометрия. Определение алюминия в сплаве (5 час.)

Лабораторная работа №6. Спектрофотометрия. Определение хрома (VI) в сточной воде (5 час.)

Лабораторная работа №7. Спектрофотометрическое титрование. Количественное определение Fe^{3+} в сточной воде (5 час.)

Лабораторная работа №8. Определение Cl^- в морской воде методом прямой потенциометрии (5 час.)

Интерактивная форма: работа в малых группах

Определение микроэлементного состава в образце руды (14 час.)

III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине «Анализ объекта» представлено в Приложении 1 и включает в себя:

- план-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине, в том числе примерные нормы времени на выполнение по каждому заданию;
- характеристика заданий для самостоятельной работы обучающихся и методические рекомендации по их выполнению;
- требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы;

– критерии оценки выполнения самостоятельной работы

IV. КОНТРОЛЬ ДОСТИЖЕНИЯ ЦЕЛЕЙ КУРСА

№ п/п	Контролируемые модули/разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций	Оценочные средства - наименование		
			текущий контроль	промежуточная аттестация	
1	Химические методы анализа	ОПК-1 ПК-1 ПК-10 ПК-19 ПК-20	Знает:	Устный опрос по лабораторной работе № 1-5 (УО-1).	Вопросы к зачету № 13-15
			Умеет:	Устный опрос по лабораторной работе № 1-5 (УО-1).	Вопросы к зачету № 13-15
			Владеет:	Устный опрос по лабораторной работе № 1-5 (УО-1).	Вопросы к зачету № 13-15
2	Физико-химические методы анализа	ПК-1 ПК-10 ПК-19 ПК-20	Знает:	Устный опрос по лабораторной работе № 6-8 (УО-1).	Вопросы к зачету № 1-12
			Умеет:	Устный опрос по лабораторной работе № 6-8 (УО-1).	Вопросы к зачету № 1-12
			Владеет:	Устный опрос по лабораторной работе № 6-8 (УО-1).	Вопросы к зачету № 1-12

--	--	--	--	--	--

Методические материалы, а также критерии и показатели, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и характеризующие этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы, представлены в Приложении 2.

V. СПИСОК УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература

(электронные и печатные издания)

1. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа : практикум : учебное пособие для высшего профессионального образования / Ю. Я. Харитонов, Д. Н. Джабаров, В. Ю. Григорьева. М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 362 с.

<https://lib.dvfu.ru:8443/lib/item?id=chamo:695136&theme=FEFU>

2. Гуськова, В.П. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / В.П. Гуськова, Л.С. Сизова, Н.В. Юнникова [и др.]. — Электрон. дан. — Кемерово : КемТИПП (Кемеровский технологический институт пищевой промышленности), 2007. — 96 с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=4591

3. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ : учебник / Ю. Я. Харитонов. - 6-е изд., испр. и доп. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 688 с.

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429341.html>

4. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа : учебник / Ю. Я. Харитонов. - 6-е изд., испр. и доп. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 656 с.

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html>

5. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: практикум: учебное пособие. Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. 2012. - 368 с.

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html>

Дополнительная литература

(электронные и печатные издания)

1. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы

разделения: Учебник для вузов/Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. Под ред. Ю. А. Золотова, М.: Высш. шк., 2002. – 503 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:232054&theme=FEFU>

2. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа: Учебник для вузов/Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. Под ред. Ю. А. Золотова, М.: Высш. шк., 2002. – 361 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:232054&theme=FEFU>

3. Основы аналитической химии. Практическое руководство : учебное пособие для вузов /Ю. А. Барбалат, Г. Д. Брыкина, А. В. Гармаш и др. ; под ред. Ю. А. Золотова. – М. Высшая школа. 2002. 463 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:4793&theme=FEFU>

4. Отто, М. Современные методы аналитической химии (в 2-х томах). Том 1. – М.: Техносфера, 2004. – 416 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:7729&theme=FEFU>

5. Золотарь, Р. Н. Методы идентификации ионов в растворах. Учебное пособие. Изд-во ДВГУ. Владивосток. 2005.0 – 89 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:231955&theme=FEFU>

6. Золотарь, Р. Н. Ионные равновесия в растворах, учебно-методическое пособие. Изд-во ДВГУ, Владивосток, 2000. – 146 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:12285&theme=FEFU>

7. Золотарь, Р. Н., Л.И. Соколова. Ионные равновесия в растворах. Справочные таблицы. Учебное пособие./ Р. Н. Золотарь, Л.И. Соколова. – Изд-во ДВГУ, Владивосток. 2005. - 78 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:237183&theme=FEFU>

8. Л. И. Соколова. Тестовые задания по аналитической химии для студентов химического факультета ДВГУ: Учебное пособие. / Соколова Л. И – Владивосток.: издательство Дальневосточного университета. 2003. – 22 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:263049&theme=FEFU>

9. Маринина, Г. И. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство : учебно-методическое пособие для химического факультета /Г. И. Маринина, Е. Ф. Радаев, Н. Г. Хузятова.

Владивосток : Изд-во Дальневосточного университета, 2004. - 56 с.

ЭК НБ ДВФУ:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:6426&theme=FEFU>

10. Ширкин Л.А. Рентгенофлуоресцентный анализ объектов окружающей среды: учебное пособие / авт.-сост.: Л.А. Ширкин; Владим. гос. ун-т. - Владимир: Изд-во Владим. гос. ун-та, 2009. - 65 с.

Единое окно доступа к информационным ресурсам онлайн:

<http://window.edu.ru/resource/344/77344>

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. Лань. Электронно-библиотечная система. Сайт ЭБС «Elanbook.com»:
<http://e.lanbook.com/>

2. ЭБС «Консультант студента». Электронная библиотека технического вуза Сайт ЭБС «Консультант студента»: <http://www.studentlibrary.ru/>

3. Электронно-библиотечная система Znanium.Com. Сайт ЭБС «Znanium.com»: <http://znanium.com/>

4. НЭЛБУК. Электронная библиотека. Сайт электронной библиотеки НЭЛБУК: <http://www.nelbook.ru/>

5. Поисковая система печатных материалов. Сайт Scopus:
<http://www.scopus.com>

Перечень информационных технологий и программного обеспечения

Платформа электронного обучения Blackboard ДВФУ.

https://bb.dvfu.ru/webapps/blackboard/content/listContentEditable.jsp?content_id=_159675_1&course_id=_4959_1

VI. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Приступить к освоению дисциплины следует в самом начале учебного семестра. Рекомендуется изучить структуру и основные положения Рабочей

программы учебной дисциплины (РПУД). Обратите внимание, что кроме аудиторной работы (лекции, практические занятия) планируется самостоятельная работа, результаты которой влияют на окончательную оценку по итогам освоения учебной дисциплины. Все аудиторные и самостоятельные задания необходимо выполнять и предоставлять на оценку в соответствии с планом-графиком.

Использование материалов учебно-методического комплекса

Для успешного освоения дисциплины следует использовать содержание разделов учебно-методического комплекса дисциплины (УМКД): рабочей программы, лекционного курса, материалов практических занятий, методических рекомендаций по организации самостоятельной работы студентов, глоссария, перечня учебной литературы и других источников информации, контрольно-измерительных материалов (тесты, опросы, вопросы зачета), а также дополнительных материалов.

1. Подготовка отчета по лабораторной работе

По каждой выполненной работе в рабочей тетради составляют отчет, руководствуясь следующими положениями:

- 1) указать название и порядковый номер лабораторной работы;
- 2) схемы, графики и таблицы чертить с соблюдением принятых стандартных условий обозначений;
- 3) отчет по каждой лабораторной работе должен содержать краткое изложение теории, цель работы, используемое оборудование и реактивы, основные выводы.

2. Подготовка к зачету

Основной формой учета (контроля) успеваемости и знаний студентов является зачет. Зачет предусматривает следующую цель: оценить знания студента по предмету, их прочность, развитие творческого мышления, приобретенные навыки самостоятельной работы, умение синтезировать полученные знания и применять их на практике и т.п. Готовиться к зачету необходимо в течение всего учебного времени, т.е. с первого дня очередного семестра: вся работа студента на лабораторных работах - это этапы подготовки студента к зачету. Зачет выставляется по результатам выполнения лабораторных работ, научного проекта и устного ответа на вопросы к зачету.

VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Имеющаяся материальная база обеспечивает выполнение занятий по курсу химическими реактивами, лабораторной посудой, учебно-научным и научным оборудованием в соответствии с реализуемой программой.

Выполнение работ по физико-химическим методам анализа обеспечивается спектрофотометрами «Юника» и «SHIMADZU-1200», по хроматографии и физическим методам исследования: газовые хроматографы с пламенно – ионизационным детектором и детектором по теплопроводности, ИК-Фурье спектрофотометр Vertex 70 с приставкой комбинационного рассеивания RAM II и ИК-микроскопом Hyperion 1000 (Bruker), ИК-Фурье спектрометр Spektrum BX (Perkin Elmer), двулучевой сканирующий спектрофотометр УФ\видимого диапазона Cintra 5 (JBC Scientific equipment), атомно-абсорбционный спектрофотометр "Shimadzu" AA-6601.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

**УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ
РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ
по дисциплине «Анализ объекта»**

**Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология
профиль «Технология химических и нефтеперерабатывающих производств»
Форма подготовки очная**

**Владивосток
2018**

План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

№ п/п	Дата/ сроки выполнения, неделя	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение, час	Форма контроля
1	1	Подготовка отчета по лабораторной работе №1	4	Письменный отчет
2	2	Подготовка отчета по лабораторной работе №2	4	Письменный отчет
3	3	Подготовка отчета по лабораторной работе №3	4	Письменный отчет
4	4	Подготовка отчета по лабораторной работе №4	4	Письменный отчет
5	5	Подготовка отчета по лабораторной работе №5	4	Письменный отчет
6	6	Подготовка отчета по лабораторной работе №6	4	Письменный отчет
7	7	Подготовка отчета по лабораторной работе №7	4	Письменный отчет
8	8	Подготовка отчета по лабораторной работе №8	4	Письменный отчет
9	9-10	Подготовка отчета по научному проекту	6	Письменный отчет
10	11	Подготовка к зачету	16	Устный опрос

Требования к представлению и оформлению отчета по лабораторным работам

Отчеты по лабораторным работам представляются студентом индивидуально в электронной форме, подготовленные как текстовые документы в редакторе MSWord.

Отчеты должны включать всю информацию по выполнению задания, в том числе, уравнения реакций, графики, расчеты и т. д.

Структурно отчеты по лабораторным работам, как текстовый документ, комплектуется по следующей схеме:

Титульный лист – обязательная компонента (титульный лист отчета должен размещаться в общем файле, где представлен текст отчета).

Исходные данные к выполнению заданий – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержат указание номера лабораторной работы, темы и т.д.).

Основная часть – цель работы, краткое изложение теории, используемое оборудование и реактивы, ход работы, основные выводы.

Оформление отчета по лабораторной работе.

Необходимо обратить внимание на следующие аспекты в оформлении отчетов работ:

- набор текста;
- структурирование работы;
- оформление заголовков всех видов (рубрик-подрубрик-пунктов-подпунктов, рисунков, таблиц, приложений);
- оформление перечислений (списков с нумерацией или маркировкой);
- оформление таблиц;
- оформление иллюстраций (графики, рисунки, фотографии, схемы);
- набор и оформление математических выражений (формул);
- оформление списков литературы (библиографических описаний) и ссылок на источники, цитирования.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210 на 297 мм.);
- интервал межстрочный – полуторный;
- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта - 14 пт., в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт.);
- выравнивание текста – «по ширине»;
- поля страницы - левое – 25-30 мм., правое – 10 мм., верхнее и нижнее – 20 мм.;
- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).
- режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блоки-

руется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ
по дисциплине «Анализ объекта»
Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология
профиль «Технология химических и нефтеперерабатывающих производств»
Форма подготовки очная

Владивосток
2018

Паспорт ФОС

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-1 способностью и готовностью использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности	Знает	основные положения теории ионных равновесий применительно к реакциям кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного и комплексометрического характера;
	Умеет	проводить соответствующие расчеты и готовить растворы заданной концентрации, рассчитывать рН растворов солей, оснований, кислот; готовить и стандартизировать растворы аналитических реагентов.
	Владеет	навыками приготовления растворов заданной концентрации, определения рН растворов солей, оснований, кислот;
ПК-1 способностью и готовностью осуществлять технологический процесс в соответствии с регламентом и использовать технические средства для измерения основных параметров технологического процесса, свойств сырья и продукции	Знает	основные понятия и законы, лежащие в основе аналитической химии.
	Умеет	успешное и систематическое умение подбирать, переводить и реферировать литературу по аналитической химии, обрабатывать и интерпретировать полученные в результате эксперимента данные, определять тенденции и формулировать предложения по организации работ
	Владеет	успешное и систематическое применение практических навыков основами планирования, организации и проведения эксперимента, представления экспериментальных данных, регистрации и обработки результатов анализа
КП-10 способностью проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа	Знает	современные методы обработки и представления результатов анализа
	Умеет	представлять полученные в результате анализа результаты. Обобщать и делать выводы по проделанной работе
	Владеет	навыками владения современными средствами обработки и хранения данных. Современным программным обеспечением методов статистических и метрологических расчетов.
ПК-19 способностью планировать и проводить физические и химические эксперименты, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования	Знает	основные химические и физико-химические методы анализа, их сущность, теоретические основы; метрологические характеристики методов анализа.
	Умеет	осуществлять химический эксперимент, анализировать и интерпретировать полученные результаты анализа.
	Владеет	основными химическими и физико-химическими методами анализа (титриметрия, гравиметрия, спектрофотометрия); навыками работы на приборах для инструментального анализа.

ПК-20 готовностью проводить стандартные и сертификационные испытания материалов, изделий и технологических процессов	Знает	Сформированные и систематические знания основных принципов планирования, организации и проведения эксперимента и представления экспериментальных данных, регистрации и обработки результатов анализа
	Умеет	Успешное и систематическое умение практически планировать, организовывать и проводить эксперимент, представлять экспериментальные данные, регистрировать и обрабатывать результаты анализа
	Владеет	Успешное и систематическое применение практических навыков основами планирования, организации и проведения эксперимента, представления экспериментальных данных, регистрации и обработки результатов анализа

№ п/п	Контролируемые модули/разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций	Оценочные средства - наименование		
			текущий контроль	промежуточная аттестация	
1	Химические методы анализа	ОПК-1 ПК-1 ПК-10 ПК-19 ПК-20	Знает:	Устный опрос по лабораторной работе № 1-5 (УО-1).	Вопросы к зачету № 13-15
			Умеет:	Устный опрос по лабораторной работе № 1-5 (УО-1).	Вопросы к зачету № 13-15
			Владеет:	Устный опрос по лабораторной работе № 1-5 (УО-1).	Вопросы к зачету № 13-15
2	Физико-химические методы анализа	ПК-1 ПК-10 ПК-19 ПК-20	Знает:	Устный опрос по лабораторной работе № 6-8 (УО-1).	Вопросы к зачету № 1-12
			Умеет:	Устный опрос по лабораторной работе	Вопросы к зачету № 1-12

				№ 6-8 (УО-1).	
			Владеет:	Устный опрос по лабораторн ой работе № 6-8 (УО-1).	Вопросы к зачету № 1-12

Шкала оценивания уровня сформированности компетенций

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции		критерии	показатели
ОПК-1 способностью и готовностью использовать основные законы естественных дисциплин в профессиональной деятельности	знает (пороговый уровень)	Основные методики определения соединений различных классов	Знает основные принципы применения конкретной методики для анализа отдельных классов соединений	Способность различать типы химических реакций, используемых в конкретном методе анализа. Способность написать уравнение химических реакций, лежащих в основе того или иного метода.
	умеет (продвинутый)	Обосновывать применение метода анализа к конкретному классу соединений	Знает отличительные особенности применения аналитических методов в соответствии с конкретным механизмом	Способен осуществлять на практике приемы различных типов титрования (прямого и обратного). Проводить определение с использованием серийных аналитических приборов.
	владеет (высокий)	Базовыми знаниями, необходимыми для интерпретации полученных результатов	Владеет теорией ионных равновесий и основами теории химического анализа	Способен применять теоретические знания к анализу конкретного объекта. Владеет основными приемами пробоподготовки и пробоотбора.
ПК-1 способностью и готовностью	знает (пороговый)	Особенности исследований в	Знает основные правила	Способен использовать основы

осуществлять технологический процесс в соответствии с регламентом и использовать технические средства для измерения основных параметров технологического процесса, свойств сырья и продукции	уровень)	области аналитической химии	поведения при работе в лаборатории аналитической химии	негативного воздействия химических соединений на организм. Знает основные требования техники безопасности при работе в химической лаборатории.
	умеет (продвинутый)	Проводить самостоятельно подготовительные этапы аналитического исследования и определения	-Умение выполнить приготовление растворов с заданной концентрацией -Умение выполнить определение основных химических показателей объекта (влажность, зольность, pH)	Способен осуществлять различные приемы и методики качественного и количественного анализа. Умеет рассчитывать конечный результат определения, используя результаты прямых и косвенных измерений.
	владеет (высокий)	Навыками выполнения анализа химическими и физико-химическими методами	Владение всеми изученными химическими и физико-химическими методами анализа	Способен использовать способами приготовления реактивов и вспомогательных материалов для проведения анализа. Владеет основными аналитическими методиками. Владеет приемами и навыками обработки результатов аналитического эксперимента.
ПК-10 способностью проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа	знает (пороговый уровень)	Основные закономерности методов химического анализа различных классов веществ	Знание инструментальной базы современных методов анализа	Способен использовать основные приемы химического анализа (титриметрия, гравиметрии). Знает основные приемы работы на приборах для физико-химических методов анализа.
	умеет (продвинутый)	Выбирать наиболее рациональный метод осуществления	Умение осуществлять выполнение важнейших этапов	Способен выполнять пробоподготовку (экстракция, концентрирование, разложение проб).

		анализа	подготовки и анализа различных объектов	Умеет проводить очистку анализируемых смесей веществ. Умеет самостоятельно выполнять расчеты по результатам анализа.
	владеет (высокий)	Приемами и навыками работы на современном аналитическом оборудовании	Владение основными приемами обслуживания серийного аналитического оборудования	Способен пользоваться навыками выбора условий работы аналитических приборов. Владеет навыками калибровки приборов. Владеет способностью градуировки прибора и оценки правильности получаемых инструментальными методами результатов.
ПК-19 способностью планировать и проводить физические и химические эксперименты, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования	знает (пороговый уровень)	Основные методы анализа и возможность их применения в анализе конкретного объекта	Знает классификацию методов анализа и отличительные особенности основных химических и физико-химических методов анализа,	Способность различать типы химических реакций, используемых в конкретном методе анализа. Способность написать уравнение химических реакций, лежащих в основе того или иного метода.
	умеет (продвинутый)	Навыками выполнения анализа химическими и физико-химическими методами	Владение всеми изученными химическими и физико-химическими методами анализа	Способен пользоваться основными аналитическими методиками. Владеет приемами и навыками обработки результатов аналитического эксперимента.
	владеет (высокий)	Владеть знаниями, необходимыми для интерпретации полученных результатов	Владеет теорией ионных равновесий и основами теории химического анализа	Способен применять теоретические знания к анализу конкретного объекта. Владеет основными приемами

				пробоподготовки и пробоотбора.
ПК-20 готовностью проводить стандартные и сертификационные испытания материалов, изделий и технологических процессов	знает (пороговый уровень)	Основные методы анализа и возможность их применения в анализе конкретного объекта	Знает классификацию методов анализа и отличительные особенности основных химических и физико-химических методов анализа,	Способность отнести метод анализа к определенной группе методов. Оценить возможность применения конкретного метода к анализируемому объект .
	умеет (продвинутый)	Умеет самостоятельно выбирать метод анализа и обосновывать его применение	Умеет на основе знаний о чувствительности определенных методов анализа выбрать приемлемый для конкретного объекта	Способен оценить основные показатели методики. Умение использовать варианты пробоподготовки для реализации методики.
	владеет (высокий)	Основными аналитическими методами и методиками. Теорией методов химического анализа	Владеет теоретическими основами и практическими навыками химических, физико-химических и физических методов анализа	Способен проводить пробоподготовку. Владеет навыками проведения основных химических и физико-химических методов анализа. Владеет теоретическими основами важнейших физических методов анализа (ИК, ЯМР, масс-спектроме

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания результатов освоения дисциплины

Оценочные средства для промежуточной аттестации

Промежуточная аттестация студентов. Промежуточная аттестация студентов по дисциплине «Анализ объекта» проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

1 Вопросы к зачету

1. Идентификация органических соединений по их ИК- и ЯМР-спектрам.
2. Идентификация соединений методом газовой хроматографии.
3. Определение паров ртути в воздухе.
4. Определение фенола в воздухе.
5. Определение хрома в воде.
6. Определение мышьяка в биологических материалах.
7. Определение меди в воде.
8. Определение ртути в природных и сточных водах методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
9. Определение хлорорганических пестицидов в воде методом газожидкостной хроматографии.
10. Определение катионов в воде методом капиллярного электрофореза.
11. Определение анионов в воде методом капиллярного электрофореза.
12. Определение летучих галогеноорганических соединений в воде методом газожидкостной хроматографии.
13. Особенности анализа почв.
14. Определение меди в сплавах.
15. Определение алюминия в сплавах.

Критерии оценки вопросов к зачету

Отметка "Зачтено"

1. Глубокое и прочное усвоение материала, все предоставленные задания выполняются правильно.
2. Ответ сформирован полно, правильно обоснован ход суждения.
3. Материал изложен в определенной логической последовательности, литературным языком.
4. Ответ самостоятельный.

Отметка "Незачтено"

1. Незнание или непонимание наиболее существенной части учебного материала.
2. Не выполнена значительная часть задания, имеются существенные ошибки.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по дисциплине «Анализ объекта»
Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология
профиль «Технология химических и нефтеперерабатывающих производств»
Форма подготовки очная

Владивосток
2017

Лабораторная работа №1. Кислотно-основное титрование. Определение карбонатной щелочности в природной воде.

Реактивы и растворы

Приготовление раствора смеси индикаторов (для титрования до pH 4,5)

Растворяют $(0,200 \pm 0,005)$ г бромкрезолового зеленого и $(0,015 \pm 0,002)$ г метилового красного в 100 см этилового спирта.

Приготовление основного раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) \approx 0,1$ моль/л

Основной раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/л готовят из стандарт-титра в соответствии с прилагаемой инструкцией. Срок хранения раствора в закрытой емкости - не более одного года.

При отсутствии стандарт-титра допускается готовить основной раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/л из концентрированной соляной кислоты следующим способом: в мерную колбу вместимостью 1000 мл вносят небольшое количество дистиллированной воды и добавляют $(8,6 \pm 0,1)$ мл концентрированной соляной кислоты (1,16 г/мл). Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) \approx 0,02$ моль/л

В мерную колбу вместимостью 500 мл вносят (100 ± 1) мл раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л. Доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Ход определения

Включают подачу инертного газа или воздуха, очищенного от диоксида углерода, затем в емкость для титрования (например, колбу Эрленмейера) пипеткой или мерным цилиндром вносят 50,0 мл анализируемой пробы воды и обеспечивают интенсивное перемешивание пробы воды инертным газом или

воздухом. В анализируемую пробу воды вносят три капли раствора индикатора и медленно титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,02 моль/л до изменения окраски на серую со следами красного. Если в течение 30 с окраска анализируемой пробы воды изменяется, то титрование продолжают. Регистрируют объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование.

Если объем кислоты, израсходованный на титрование, превышает 10 мл, то берут меньший объем пробы и разбавляют ее до (50±5) мл дистиллированной водой. В этом случае объем израсходованной на титрование соляной кислоты должен быть не менее 5 мл

Карбонатную щелочность, ммоль/л, рассчитывают по формуле

$$A_k = \frac{c(\text{HCl})(V_7 - V_8) \cdot 1000}{V_6}$$

где $c(\text{HCl})$ - точная молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/л;

V_7 - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование анализируемой пробы воды, мл;

V_8 - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование холостой пробы;

V_6 - объем анализируемой пробы воды, мл.

Лабораторная работа №2. Определение железа в марганцевой руде методом дихроматометрии

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа раствором двухлористого олова или раствором двухлористого олова и раствором трехлористого титана в солянокислой среде до двухвалентного с последующим титрованием последнего раствором двуххромовокислого калия в присутствии дифениламинсульфоната натрия как индикатора.

Медь и мышьяк в количествах, содержащихся в марганцевых рудах,

концентратах и агломератах, определению железа не мешают.

Аппаратура и реактивы

Олово по [ГОСТ 860](#) или олово гранулированное.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#) и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](#) и разбавленная 1:2, 1:4, 1:50.

Кислота ортофосфорная по [ГОСТ 6552](#).

Смесь кислот: к 500 мл воды осторожно при перемешивании приливают 150 мл серной кислоты. После охлаждения приливают 150 мл ортофосфорной кислоты, разбавляют водой до 1 л и перемешивают.

Аммиак водный по [ГОСТ 3760](#) и разбавленный 1:50.

Ртуть хлорная (сулема), раствор 20 г/л или ртути окись желтая по [ГОСТ 5230](#) или ртути окись красная, суспензия 20 г/л.

Олово двухлористое 2-водное, раствор А, 1000 г/л: 1000 г двухлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 л соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 л, прибавляют несколько гранул или кусочков (5-10 г) металлического олова, перемешивают. Хранят раствор в склянке с пробкой.

Раствор Б, 100 г/л: к 100 мл раствора А приливают 150 мл соляной кислоты, разбавляют водой до 1 л и перемешивают, или 10 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 50 мл соляной кислоты, разбавляют водой до 100 мл и перемешивают.

Титан треххлористый, 2%-ный раствор на соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Калий двуххромовокислый по [ГОСТ 4220](#). Реактив квалификации "х.ч." или "ч.д.а.", используемый для приготовления стандартного раствора, перекристаллизовывают следующим образом: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 100 мл воды, нагревая до кипения. Энергично перемешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают чашку с раствором холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, су-

шат 2-3 ч при 100-105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180-200 °С в течение 10-12 ч. Реактив квалификации "ч.д.а." перекристаллизовывают два раза.

Стандартные растворы двуххромовокислого калия: 3,5116 г (для раствора А) и 1,7558 г (для раствора Б) двуххромовокислого калия перекристаллизованного и высушенного при 180-200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 300 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А соответствует 0,004 г железа;

1 мл раствора Б соответствует 0,002 г железа.

Стандартный раствор железа 4 г/л: навеску карбонильного железа 4,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, в горловину колбы вставляют маленькую воронку. Приливают 110 мл соляной кислоты, разбавленной 1:2, небольшими порциями и нагревают до растворения навески. Охлаждают раствор и окисляют железо 5 мл пероксида водорода. Нагревают до кипения для разложения ее избытка. Охлаждают раствор, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора железа соответствует 1 мл стандартного раствора А двуххромовокислого калия или 2 мл стандартного раствора Б двуххромовокислого калия.

Ход работы

Навеску пробы массой 1,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, смачивают водой, приливают 15 мл соляной кислоты, закрывают колбу часовым стеклом и нагревают, не допуская кипения, до полного растворения навески, периодически перемешивая.

К горячему раствору приливают по каплям раствор двуххлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1-2 капли в избыток. Обмывают стенки колбы, охлаждают, приливают 5 мл раствора хлорной ртути и суспензии окиси ртути, перемешивают и оставляют на 5-7 мин до образования небольшого белого осадка хлористой ртути.

Раствор разбавляют до 200 мл, добавляют 25 мл смеси кислот и 2 мл раствора дифениламинсульфоната натрия, перемешивают и сразу титруют раствором двуххромовокислого калия до появления устойчивой сине-фиолетовой окраски.

Массовую долю общего железа, в процентах рассчитывают по формуле

$$X_{\text{Fe}} = \frac{c(V - V_1) \cdot 100 \cdot K}{m}$$

X - массовая концентрация раствора двуххромовокислого калия по железу, г/мл;

V - объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, мл;

V₁ - объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

m - масса навески пробы, г.

Лабораторная работа №3. Определение меди в медно-цинковом сплаве методом иодометрии

Метод основан на восстановлении Си (II) до Си (I) йодидом калия и титровании выделившегося йода раствором серноватистокислого натрия.

Реактивы и растворы

Кислота азотная по [ГОСТ 4461](#) и разбавленная 1:1.

Кислота сульфаминовая, насыщенный раствор.

Мочевина по [ГОСТ 6691](#), насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 мл горячей воды.

Натрий серноватистокислый по [ГОСТ 27068](#); 0,05 М раствор; готовят из фиксаля или 25 г соли растворяют в воде и разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1 л до метки. Для стабилизации раствора прибавляют 0,3-0,5

мл хлороформа на 1 л раствора.

Калий йодистый по [ГОСТ 4232](#) и раствор 200 г/л, свежеприготовленный.

Аммоний роданистый по [ГОСТ 27067](#).

Смесь Брунса: готовят следующим образом: 20 г йодистого калия и 64 г роданистого аммония растворяют в воде и разбавляют до 1 л.

Крахмал водорастворимый по [ГОСТ 10163](#), раствор 5 г/л, свежеприготовленный.

Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,3 г при содержании меди не более 70% и 0,2 г для остальных сплавов помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. После окончания растворения прибавляют 2 мл раствора сульфаминовой кислоты или 1 мл раствора мочевины для удаления окислов азота. Стенки колбы обмывают водой, разбавляют до 100 мл, приливают 20 мл раствора йодистого калия или 10 мл смеси Брунса и титруют раствором серноватистокислого натрия.

Когда коричневая окраска раствора станет едва заметной, прибавляют 2-5 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Определение массовой концентрации раствора серноватистокислого натрия

0,2 г меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. Добавляют 2 мл раствора сульфаминовой кислоты или 1 мл раствора мочевины, приливают 100 мл воды, 20 мл раствора йодистого калия или 10 мл смеси Брунса и титруют раствором серноватистокислого натрия.

Массовую концентрацию раствора серноватистокислого натрия, выраженную в граммах меди на 1 мл раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m - масса навески меди, г;

V - объем раствора серноватистокислого натрия, затраченный на титрование, мл.

Массовую долю меди в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T - массовая концентрация раствора серноватистокислого натрия, выраженная в граммах меди на 1 мл;

V - объем раствора серноватистокислого натрия, затраченный на титрование пробы, мл;

m - масса навески сплава, г.

Лабораторная работа № 6. Определение хрома (VI) в сточной воде методом спектрофотометрии

Определение основано на взаимодействии хрома (VI) с дифенилкарбазидом в кислой среде, создаваемой трихлоруксусной кислотой, с образованием красно-фиолетового положительно заряженного внутрикомплексного соединения. Оптическую плотность полученного раствора измеряют при 540 нм.

При определении низких концентраций проводят экстракционное концентрирование образовавшегося комплекса изоамиловым спиртом в виде ассоциата с анионом трихлоруксусной кислоты.

Мешающее влияние на определение оказывает железо (III). При содержании железа (III) в воде до 0,5 мг/дм³ при экстракционно-фотометрическом определении и до 1 мг/дм³ в фотометрическом варианте, его маскируют, добавляя фторид натрия. При превышении указанных концентраций железа мас-

кирующий эффект фторида натрия недостаточен и результат анализа может быть завышен.

Другие вещества в тех концентрациях, которые реально присутствуют в природных или очищенных сточных водах, мешающего влияния не оказывают.

Средства измерений, вспомогательные устройства

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2, КФК-2мп (КФК-3) по ТУ 3.3.1766, ТУ 3.3.1860 или спектрофотометр типа СФ-46 (СФ-26).

Стандартный образец хрома (VI) или дихромат калия по [ГОСТ 4220](#), х.ч.

Фторид натрия по [ГОСТ 4463](#), ч.д.а.

Трихлоруксусная кислота по ТУ 6-09-1926, ч.

Соляная кислота по [ГОСТ 3118](#), ч.д.а.

1,5-дифенилкарбазид по [ГОСТ 5359](#), ч.д.а.

Изоамиловый спирт по [ГОСТ 5830](#), ч.д.а. (или ч., перегнанный).

Спирт этиловый ректификованный по [ГОСТ 18300](#).

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Фильтры мембранные «Владипор МФА-МА», 0,45 мкм, по ТУ 6-05-1903 или другого типа, равноценные по характеристикам, или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678.

Приготовление растворов и реактивов

Раствор 1,5-дифенилкарбазида, 0,25 %

0,1 г 1,5-дифенилкарбазида растворяют в 50 см³ этилового спирта. Раствор хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике не более недели.

Раствор трихлоруксусной кислоты, 20 %

50 г трихлоруксусной кислоты растворяют в 200 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

Раствор фторида натрия, 3 %

3,0 г фторида натрия растворяют в 100 см³ дистиллированной воды при слабом нагревании. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде не более 1 мес.

Раствор соляной кислоты, 1 %

7,5 см³ концентрированной соляной кислоты растворяют в 250 см³ дистиллированной воды.

Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из стандартного образца хрома (VI) или из дихромата калия.

При использовании стандартного образца производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению.

Массовая концентрация хрома (VI) в рабочих градуировочных растворах должна составлять 2,50 мг/см³ и 0,500 мг/дм³.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 1 % относительно приписанного значения массовой концентрации хрома (VI).

Основной раствор дихромата калия с массовой концентрацией Cr(VI) 500 мг/дм³

0,1414 г дихромата калия, высушенного в течение 1 ч при 105 °С, взвешивают на аналитических весах, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Хранят в темной склянке не более 6 мес.

Промежуточный раствор дихромата калия с массовой концентрацией Cr(VI) 50,0 мг/дм³

Отбирают 10 см³ основного раствора дихромата калия с массовой концентрацией 500 мг/дм³ с помощью пипетки с одной отметкой, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Хранят в темной склянке не более 1 мес.

Рабочий раствор дихромата калия с массовой концентрацией Cr(VI) 2,50 мг/дм³

Отбирают 5,0 см³ промежуточного раствора дихромата калия с массовой концентрацией 50,0 мг/дм³ с помощью пипетки с одной отметкой, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор используют в день приготовления.

Рабочий раствор дихромата калия с массовой концентрацией Cr(VI) 0,500 мг/дм³

Отбирают 20,0 см³ рабочего раствора дихромата калия с массовой концентрацией Cr(VI) 2,50 мг/дм³ с помощью пипетки с одной отметкой, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор используют в день приготовления.

Установление градуировочной зависимости для выполнения измерений Cr(VI) в водном растворе

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают с помощью пипеток 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора с массовой концентрацией хрома 2,50 мг/дм³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Массовая концентрация хрома (VI) в полученных растворах составит соответственно 25,0; 50,0; 75,0; 100; 125; 150 мкг/дм³. Содержимое колб переносят в конические колбы вместимостью 250 см³ и выполняют определение хрома (VI), как описано в разделе 7 с измерением оптической плотности водного раствора. Одновременно выполняют холостой опыт, используя 100 см³ дистиллированной воды.

Градуировочную зависимость устанавливают в координатах: оптическая плотность - концентрация хрома (VI) в мкг/дм³ графически или рассчитывают методом наименьших квадратов. Градуировочную зависимость устанавливают не реже 1 раза в три месяца и, в обязательном порядке, при использовании новых партий 1,5-дифенилкарбазида и трихлоруксусной кислоты, а также другого прибора.

Выполнение измерений

В конические колбы вместимостью 250 см³ приливают цилиндром вместимостью 100 см³ анализируемой воды, 2 см³ раствора фторида натрия, 5 см³ раствора трихлоруксусной кислоты и 5 см³ раствора дифенилкарбазида.

Пробу тщательно перемешивают и выдерживают 15 мин для развития окраски.

Если через 15 мин развивается красно-фиолетовая окраска, то проводят

измерение оптической плотности водного раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 5 см при 540 нм относительно холостого раствора. Холостой опыт выполняют аналогично, используя 100 см³ дистиллированной воды.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до объема 100 см³ дистиллированной водой.

Массовую концентрацию хрома (VI) в анализируемой пробе воды C_x , мкг/дм³, находят по соответствующей градуировочной зависимости.

При разбавлении проб найденный результат умножают на величину $100/V$, где V - объем аликвоты пробы, взятый для анализа, см³.

Лабораторная работа №8. Определение хлоридов в морской воде методом прямой потенциометрии

В основу определения хлоридов положено измерение потенциала электрода, селективного к ионам хлора. Величина потенциала зависит от содержания хлоридов в пробе воды.

Определению хлоридов не мешают ионы железа (III) в концентрации до 10 мг/дм³. Ионы кальция в концентрации до 200 мг/дм³.

Оборудование и реактивы:

- иономер любого типа или рН-метр, работающий в режиме милливольтметра, снабженный магнитной мешалкой;
- электрод измерительный ЭМ-С1-01;
- электрод вспомогательный хлорсеребряный;
- весы аналитические 2 класса точности;
- весы технические лабораторные 4 класса точности с пределом взвешивания 200 г.;
- шкаф сушильный;
- колбы мерные вместимостью 100 см³ (1 шт.), 250 см³ (1 шт.), 1000 см³

(1 шт.);

- пипетка градуированная вместимостью 10 см³ (1 шт.), 20 см³ (1 шт.);
- пипетка с одной меткой вместимостью 10 см³ (1 шт.), 20 см³ (1 шт.);
- цилиндры мерные вместимостью 25 см³ (2 шт.);
- стаканы химические вместимостью 50 см³ (1 шт.), 100 см³ (1 шт.), 500 см³ (1 шт.);
- стаканчики для взвешивания (бюксы)- 2 шт.;
- электролитический ключ.

Допускается использование других типов средств измерений , посуды и вспомогательного оборудования.

Реактивы и материалы:

- стандартный образец ионов хлора или хлорид калия KCl по ГОСТ 4234, х.ч.;
- нитрат натрия NaNO₃ по ГОСТ 4168, х.ч.;
- нитрат калия KNO₃ по ГОСТ 4217, х.ч.;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- фильтровальная бумага.

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Пробы помещают в полиэтиленовую посуду, не консервируют, хранят в холодильнике.

Ход работы

Приготовление растворов и реактивов

Раствор индифферентного электролита.

50,5 г KNO₃, предварительно высушенного в течение 2 ч при 110°C, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки на колбе.

Насыщенный раствор хлорида калия.

60 г KCl растворяют в 200 см³ дистиллированной воды при температуре 50-60 °С. После охлаждения используют раствор на осадком для заполнения вспомогательного электрода.

Раствор нитрата натрия $1,00 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³.

0,85 NaNO₃, высушенного при температуре 105 °С в течение 2 ч, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят дистиллированной водой до метки на колбе. Используют для заполнения электролитического ключа.

Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления готовят из стандартного образца или хлорид-ионов или хлорида калия.

Для градуировочных растворов $1,00 \cdot 10^{-1}$ - $1,00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 1% для градуировочных растворов $6,00 \cdot 10^{-4}$ - $3,00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ – 2% относительно приписанного значения концентрации ионов хлора.

Раствор хлорида калия $1,00 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³

Раствор готовят из стандартного образца хлорид-ионов в соответствии с инструкцией по его применению, или 1,863 г KCl, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 105 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют и доводят дистиллированной водой до метки на колбе.

Раствор хлорида калия $1,00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ (2,0 pCl)

Отбирают 10 см³ раствора KCl $1,00 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят дистиллированной водой до метки на колбе.

Раствор хлорида калия $1,00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ (3,0 pCl)

Отбирают 10 см³ раствора KCl $1,00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят дистиллированной водой до метки на колбе.

Раствор хлорида калия $6,00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ (3,2 pCl)

Отбирают 6,0 см³ раствора KCl $1,00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят дистиллированной водой до метки на колбе.

Раствор хлорида калия $3,00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ (3,5 pCl)

Отбирают 3,0 см³ раствора KCl $1,00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят дистиллированной водой до метки на колбе.

Градуировочные растворы хлорида калия $1,00 \cdot 10^{-1}$ - $1,00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ хранят не более 1 мес., $1,00 \cdot 10^{-3}$ - $3,00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ готовят непосредственно перед использованием.

Подготовка прибора, измерительного или вспомогательного электродов к работе осуществляют в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Для предотвращения попадания насыщенного раствора хлорида калия из электрода сравнения в градуировочные растворы и пробы на электрод надевается электролитический ключ, заполненный раствором нитрата натрия, который ежедневно обновляется перед началом работы.

Установление градуировочной зависимости

В стаканы вместимостью 50 см² вносят по 15 см³ растворов хлорида калия с концентрацией $3,00 \cdot 10^{-4}$; $6,00 \cdot 10^{-4}$; $1,00 \cdot 10^{-3}$; $2,00 \cdot 10^{-3}$; $1,00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ и добавляют в каждый стакан по 15 см³ индифферентного электролита. Стаканы устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор электроды и проводят измерение потенциала от меньшей концентрации ионов хлора ($3,00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³) к большей ($1,00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³). Глубина погружения электродов и скорость перемешивания должны быть одинаковыми во всех измерениях. Показания прибора записывают после установления постоянного значения потенциала. Время его установления зависит от концентрации хлоридных ионов в градуировочных растворах и составляет от нескольких секунд до минут.

Для каждой концентрации градуировочного раствора проводят по три параллельных измерения потенциала и за результат принимают среднее арифметическое.

Градуировочную зависимость устанавливают перед каждой серией определений, а также при замене измерительного или вспомогательного электродов. Если инструкцией по эксплуатации прибора предусмотрен иной способ установления градуировочной зависимости (градуировки), то ее устанавливают в соответствии с инструкцией к данному прибору.

Выполнение измерений

12 см³ анализируемой пробы переносят в стакан вместимостью 50 см³ и

приливают 15 см³ индифферентного электролита. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор электроды, ожидают установления постоянного значения потенциала и записывают показания прибора. После окончания измерения потенциала в анализируемой пробе электроды омывают дистиллированной водой. Отмывка электродов происходит достаточно быстро при трёхкратной замене воды. После этого приступают к изменению потенциала следующей пробы.

Температура анализируемой пробы должна быть одинакова с температурой растворов при установлении градуировочной зависимости.

Вычисление результатов измерений

Значение pCl в анализируемых пробах воды находят по градуировочной зависимости. Массовую концентрацию хлоридов C_x , мг/дм³, рассчитывают по следующим соотношениям:

$$pCl = -\lg[Cl]; C_{Cl} = 10^{-pCl} \text{ моль/дм}^3;$$

$$C_x = 10^{-pCl} \cdot 35,45 \cdot 10^3 \text{ моль/дм}^3$$