



МЧС РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«Уральский институт Государственной противопожарной службы
Министерства Российской Федерации по делам гражданской обороны,
чрезвычайным ситуациям и ликвидации последствий стихийных бедствий»

кафедра химии и процессов горения

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Методические рекомендации по подготовке к зачёту

Специальность 40.05.03 Судебная экспертиза

Екатеринбург
2022

Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : методические рекомендации по подготовке к зачёту. Специальность 40.05.03 Судебная экспертиза / сост. А.В. Кокшаров, Т.В. Якубова. – Екатеринбург : Уральский институт ГПС МЧС России, 2022. – 18 с.

Автор-составитель: Кокшаров А.В., доцент кафедры химии и процессов горения Уральского института ГПС МЧС России, к.х.н.;

Якубова Т.В. доцент кафедры химии и процессов горения Уральского института ГПС МЧС России, к.х.н.

Излагаются рекомендации по подготовке к зачёту по дисциплине «Физико-химические методы анализа». Описывается порядок проведения и система оценки знаний на зачёте. Приводится перечень вопросов и задач по дисциплине, которые используются при составлении заданий, выполняемых на зачёте. Приведён пример ответа на билет. В рекомендациях представлен список рекомендуемой основной и дополнительной литературы для подготовки к зачёту по дисциплине.

Предназначено для студентов, обучающихся по специальности 40.05.01 Судебная экспертиза при подготовке к зачёту по дисциплине «Физико-химические методы анализа».

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
1. Организация работы при подготовке к зачёту	5
2. Организация проведения зачёта	8
3. Содержание дисциплины	11
4. Перечень вопросов для подготовки к зачёту	14
5. Учебно-методическое обеспечение курса	14
6. Примерный билет для зачёта	16

Введение

Изучение учебной дисциплины завершается зачётом. Зачёт является формой промежуточного контроля знаний и умений студентов по данной дисциплине, полученных на практических занятиях и в процессе самостоятельной работы. Подготовка к зачёту способствует закреплению, углублению и обобщению знаний, получаемых, в процессе обучения, а также применению их к решению практических задач. Готовясь к зачёту, студент ликвидирует имеющиеся пробелы в знаниях, углубляет, систематизирует и упорядочивает свои знания. На зачёте он демонстрирует то, что он приобрел в процессе обучения по учебной дисциплине.

Курс составлен таким образом, что по его окончании учащиеся должны получить навыки проведения исследования материальных носителей информации с помощью физико-химических методов анализа, приобрести практические навыки сбора, обработки, анализа и систематизации полученных экспериментальных данных, а также овладеть культурой ведения лабораторного журнала.

Изучение материала курса осуществляется на лекционных, практических, лабораторных занятиях, при самостоятельной проработке материала, рекомендуемого преподавателем, а также индивидуальная работа преподавателей с обучаемыми.

При подготовке к сдаче зачёта по дисциплине «Физико-химические методы анализа» важная роль принадлежит умению обучаемых эффективно организовать самостоятельную работу, в ходе которой дорабатываются вопросы, рассмотренные на лекциях, происходит ознакомление с литературой, справочными пособиями, указанными в методических рекомендациях, а также проводится повторение основных методик решения задач. Данное методическое пособие составлено для помощи обучающимся в подготовке к зачёту и содержит методические указания, направленные на организацию самостоятельной работы учащихся на завершающем этапе изучения дисциплины.

1. Организация работы при подготовке к зачёту

Подготовку к зачету следует начинать с оборудования своего рабочего места для занятий: убрать лишние вещи, отвлекающие внимание, удобно расположить нужные пособия, тетради и т.п. Кроме того, как отмечают специалисты, хорошо ввести в такой интерьер для занятий желтый, фиолетовый и насыщенный синий цвета, поскольку они повышают интеллектуальную активность, способствуют лучшей концентрации, пробуждают творческое мышление.

При подготовке к зачету весь перечень вопросов целесообразно разделить на несколько групп, а именно:

- относительно легкие вопросы, предполагающие изложение материала, в котором студент ориентируется лучше всего;
- вопросы средней степени трудности, требующие более серьезного осмысления, в том числе обращения к дополнительной литературе;
- наиболее слабо изученные или особенно сложные в теоретическом отношении вопросы, для проработки которых необходимо максимальное использование интеллектуальных ресурсов и тщательный анализ научных источников.

Конечно, хорошо начать с самого трудного, с того раздела, содержание которого заведомо известно меньше всего. Но бывает и так, что подобная перспектива сразу «утонуть в сложном, непонятном материале» вызывает сильное внутреннее напряжение, делает студента менее уверенным в возможности успешной подготовки. В этом случае полезно, напротив, начать с того, что известно лучше, с того материала, который более всего интересен и приятен. При таком подходе действует принцип постепенного вработывания.

При подготовке к любой форме итогового контроля, в том числе и к зачету, рекомендуется по каждому вопросу четко структурировать материал ответа за счет составления планов, схем, причем обязательно делать это не в уме, а на бумаге. Такая фиксация на бумаге полезна потому, что при воспоминании, повторении «про себя», смешиваются узнавание информации и реальное знание, а узнавать всегда легче, чем вспоминать и воспроизводить. Возникает впечатление знания, а когда надо сообщить его другим, в частности преподавателю, сказать вслух, оно куда-то улетучивается. Именно с этим часто бывают связаны случаи, когда кажется, что вы знаете, помните, а начинаете отвечать, и ответ получается отрывочным, скомканным. Когда вы записываете план ответа, вы становитесь в позицию человека, передающего свои знания другим, т.е. делаете то же самое, что необходимо на зачете. Планы полезны и потому, что их легко использовать при кратком повторении материала.

Важно помнить и о том, что ответы на наиболее сложные вопросы следует рассказывать вслух, что обеспечивает их лучшее запоминание и осознание.

Кроме того, в психологии установлено, что чем больше различия в состояниях человека в тот момент, когда он получает информацию (готовится к зачету) и воспроизводит ее (сдает зачет), тем труднее ему извлекать информацию из памяти. Готовиться обычно приходится дома, сидя, а то и лежа, в спокойной обстановке, расслабившись, а, отвечая на зачете, человек испытывает напряжение, волнение. Когда вы рассказываете ответ, вы сближаете эти два состояния.

Следует отметить, что речь «про себя» отличается от речи вслух: она краткая, сжатая. Для того, чтобы стать понятной другим, она требует перевода. И тогда оказывается, что не все можно перевести: что-то забыто, что-то в переводе кажется бледной, что-то видится как образ, а словами не выражается. Когда студент пересказывает ответ, он включает особый вид памяти – речедвигательную, помогающую отвечать не на внутреннем, а на общедоступном языке. Только тут и выясняется, что он знает твердо и основательно, чем может поделиться с другими, что – только для себя и поэтому требует дополнительного перевода, а что, как оказывается, вообще не знает.

Особо нужно обратить внимание на то, что никогда не надо стремиться выучить все пособия и конспекты лекций наизусть, напротив, важно всегда помнить, что главная задача студента не вы зубрить, а понять. Поэтому необходимо концентрироваться на ключевых мыслях и основополагающих идеях.

Готовясь к зачету, никогда не следует думать о том, что провалитесь, в то же время полезно мысленно рисовать себе картину успешного ответа. Мысли о возможном провале недаром называют саморазрушающими. Они не только мешают готовиться, создавая постоянное напряжение и смятение в мыслях, занимая в них главное место, они к тому же как раз и позволяют студенту ничего не делать или делать все, «спустя рукава» (зачем трудиться, если все равно ничего не выйдет).

Если же вы очень боитесь предстоящей ситуации зачета, попробуйте прием, называемый «доведением до абсурда». Постарайтесь как можно сильнее напугать себя. Для этого представьте себе все самые страшные, немыслимые подробности и ужасающие последствия. Такое предельное усиление страха обычно приводит человека к мысли о том, что бояться, в сущности, нечего и даже самые тяжелые последствия на самом деле не так ужасны.

Далее рассмотрим рекомендации по поведению студентов на самом зачете.

Ответ на зачете должен содержать раскрытие основных научных понятий, характеристику важнейших положений, знание первоисточников с указанием

фамилий авторов и исследователей, кто осуществил наибольший вклад в разработку той или иной проблемы, осмысленное изложение материала. При этом логика построения ответа предполагает непременно включение в него конкретных примеров, подтверждающих основные положения.

Необходимое условие грамотного ответа – использование научно-технического (а не бытового) языка.

Само содержание ответа целесообразно разделить на три части:

- вступление,
- основная часть,
- заключение.

Во вступлении можно перечислить все проблемы, которые вы собираетесь осветить, обосновать их актуальность, потом в основной части ответа надо детально развернуть каждую из обозначенных проблем, а в заключении придать ходу мыслей завершенность, подвести итог и сделать выводы.

Вместе с тем студент должен быть готов к уточняющим вопросам, а также к решению практических задач в рамках основной проблематики вопроса.

Помимо вышеперечисленных в качестве дополнительных рекомендаций в отношении поведения студентов на зачете можно отметить следующие:

1. За отведенное на зачете время для подготовки к ответу необходимо составить примерный план (последовательную схему) ответа с включением в него всех важнейших проблем и значимых нюансов в предполагаемой логике изложения материала. При этом совершенно не обязательно подробно прописывать все содержание, поскольку это занимает лишнее время и затрудняет выделение опорных мыслей и главных идей.

2. При ответе следите за своей позой, жестами, мимикой, голосом. Помните, что ваша речь, весь ваш вид должны демонстрировать уверенность в себе и своих знаниях. Известно, что голос, поза, жестикуляция не только «выдают» состояние человека, но по принципу обратной связи способны влиять на него, т.е., приняв уверенную позу, начиная говорить спокойным и уверенным голосом, вы действительно становитесь спокойнее и увереннее в себе. Однако это ни в коем случае не следует путать с развязностью и агрессивностью, нападками на преподавателя, обвинением его в несправедливости. Самое главное – сохранять чувство собственного достоинства и быть тактичным в беседе.

3. Если в процессе ответа вы «потеряли мысль» или что-то забыли, не говорите об этом преподавателю, а переходите к изложению следующего блока информации. Иногда случается, что только по ходу дальнейших рассуждений по

вопросу происходит вспоминание забытого. В таком случае не прерывайте своего ответа, ради того, что было пропущено и неожиданно всплыло в памяти, лучше расскажите об этом в конце, иначе ваш ответ окажется спутанным, нелогичным. При этом не стоит говорить: «Да, я еще забыл(а) сказать о...». Целесообразно использовать, например, такие формулировки: «Кроме того, я хотел(а) бы добавить...», «Особо следует подчеркнуть...» и т.п.

2. Организация проведения зачёта

После прохождения курса «Физико-химические методы анализа» студентам предстоит пройти собеседование по пройденному материалу.

Зачёт преследует несколько целей:

- служит стимулом, способствующим систематизации и усвоению теории курса;

- позволяет студенту продемонстрировать способность вспомнить, выбрать нужные теории и применить на практических примерах;

- предоставляет студенту возможность продемонстрировать знание некоторых теорий, которые изучаются только в режиме лекций и самостоятельной работы и их освоение не контролируется в течение семестра.

Для допуска к зачёту студенту необходимо выполнить и защитить шесть лабораторных работ. Допуск к зачёту дает преподаватель, ведущий лабораторные работы.

Зачёт является обязательным элементом программы. Оценка за зачёт важна для студента, так как идет в диплом. В исключительных случаях, в случае очень успешной работы в течение семестра и выполнения дополнительной творческой работы, студент может получить оценку за зачёт автоматически.

Для подготовки к зачёту студентам предлагается перечень заданий, охватывающих и систематизирующих весь материал курса.

По структуре билеты состоят из двух теоретических вопросов и задачи. Действительное зачётное задание будет иметь ту же структуру, что и образцы.

Знакомство с образцами зачётных заданий поможет студенту подготовиться к зачёту и повторить пройденный материал, обсуждая его в учебной группе.

Зачет проводится по билетам, включающим два теоретических вопроса и задачу по обработке результатов анализа.

Для проведения зачета на кафедре готовится:

- перечень вопросов, выносимых на зачет;

- необходимый справочный материал, которым разрешается пользоваться обучаемым во время зачета;

- средства материального обеспечения.

В перечень включаются вопросы из всех изучаемых разделов курса.

Материалы, разработанные для проведения зачета, обсуждаются на заседании кафедры и утверждаются начальником кафедры.

Порядок проведения зачета:

- зачет может приниматься всеми преподавателями, проводившими лекционные или семинарские занятия по дисциплине; при выставлении оценки решающее слово остается за педагогом, ведущим семинарские занятия в группе и знающим работу студента в течение изучения всего курса;

- преподаватели имеют право ставить оценку без опроса тех слушателей, которые активно участвовали на семинарских занятиях, отчитались по контрольной работе и контролю самостоятельной работы на оценки не ниже «хорошо» и показали твердое знание основных положений изучаемой дисциплины.

- в аудитории, где принимается зачет, может одновременно находиться не более пяти человек; ответ выслушивается только после того, как очередной обучаемый, прибывший для сдачи зачета, займет свое место за столом для подготовки к ответу;

- студенту на зачете разрешается брать один билет;

- на подготовку первому отвечающему дается не более 30 минут, время на ответ одного студента – до 5 минут;

- в ходе зачета принимающие преподаватели записывают номера билетов, проверяют, по своим ли билетам отвечают слушатели, наблюдают за подготовкой к ответу, сохраняют для выбора все билеты в течение всего зачета;

- принимающие преподаватели ведут краткие заметки по ответам слушателей, выставляют оценки за ответы по каждому основному вопросу билета, оценку за дополнительные вопросы и общую оценку по результатам зачета.

- по решению принимающего преподавателя студент может сдавать зачет без билета;

- зачет проводится методом собеседования, в ходе которого принимающий преподаватель ведет со студентом обсуждение вопросов изучаемой программы; при собеседовании допускается ведение дискуссии, аргументированное отстаивание студентом своих взглядов;

- в случае доклада студента о том, что он не может ответить на вопросы билета, ему выставляется оценка «неудовлетворительно»;

- в случаях, когда возникает угроза выхода зачёта за рамки отведенного учебным планом времени, каждый из принимающих преподавателей может самостоятельно заслушать ответы;

- результаты сдачи зачета могут объявляться, как по окончании ответа студента, так и на подведении итогов перед всей группой; они заносятся (помимо ведомости и зачетной книжки) в учебный журнал.

- студент освобождается от дальнейшего присутствия на зачете после ответа по билету, выставления оценки в электронной ведомости.

Критерии выставления оценки

Результатом промежуточной аттестации является выставление зачёта по дисциплине.

Зачёт ставится на основании собеседования по материалам дисциплины.

Зачёт считается сданным если на вопросы преподавателя по заданиям в билете даны исчерпывающие ответы грамотным научным языком. Допускаются небольшие неточности, которые не искажают научной картины, лежащей в основе физико-химических методов анализа. Практическое задание выполнено, допускаются неточности в арифметических расчетах, не влияющие на конечный результат. В противном случае выставляется оценка «не зачтено».

План проведения зачета

Зачёт проводится в устной форме.

Преподаватель принимает доклад у командира группы о готовности к сдаче зачёта. После студенты заходят в аудиторию по одному, берут билеты, называют его номера преподавателю. Преподаватель заносит номер в ведомость. После приступают к подготовке к устному ответу и выполнению задания. На выполнение заданий отводится 45 минут.

По истечении времени, преподаватель по очереди приглашает по одному студенту и проводит с ним собеседования по вопросам в билете.

Результат зачёта преподаватель объявляет сразу по окончании собеседования и проверки практического задания. Студенты имеют право аргументировано обосновать свою правоту, если не согласны с решением преподавателя.

Студент, не сдавший зачёт, может быть допущен к его повторной сдаче в установленном порядке.

3. Содержание дисциплины

Тема 1. Классификация физико-химических методов анализа. Общая характеристика методов

Общая характеристика физико-химических методов. Классификация физико-химических методов анализа. Значение и преимущества методов. Чувствительность и разрешающая способность методов. Характеристическое время метода. Интеграция методов.

Тема 2. Электрохимические методы анализа (ЭХМА)

Роль ЭХМА среди других методов анализа объектов окружающей среды. Классификация методов и их особенности. Преимущества и области применения методов.

Прямая потенциометрия. Равновесный электродный потенциал. Уравнение Нернста. Электрохимическая ячейка, схема. Индикаторные и электроды сравнения. Электроды 1 и 2 рода. Ионоселективные электроды. Стекланный электрод, механизм возникновения потенциала. Электроды на основе жидких мембран. Твердые мембранные электроды (кристаллические и некристаллические мембраны).

Способы определения концентраций с помощью ионоселективных электродов (метод градуировочных прямых, метод стандартных добавок, титрование с ионоселективными электродами). Измерение потенциалов. Измерение pH электрохимическим методом.

Потенциометрическое титрование. Компенсационные и некомпенсационные методы потенциометрического титрования. Методы определения конечной точки потенциометрического титрования. Методы титрования до ЭДС, равной нулю и до тока, равного нулю (при потенциале конечной точки титрования). Биметаллические системы электродов в практике ПТ. Потенциометрическое титрование по методу нейтрализации, осаждения, комплексообразования и окисления-восстановления (типы индикаторных электродов, кривые титрования).

Примеры определения веществ методами потенциометрического титрования. Обработка кривых титрования. Принципиальная схема установки для потенциометрического титрования.

Кондуктометрические методы анализа.

Сущность и классификация методов. Электрическая проводимость растворов: удельная и эквивалентная. Влияние на электропроводность природы элект-

тролита и растворителя, концентрации электролита, температуры. Прямая кондуктометрия: сущность, схема установки для определения электрической проводимости, электроды, метод калибровочного графика, расчеты. Особенности и области применения метода.

Кондуктометрическое титрование: сущность и особенности метода. Кривые кондуктометрического титрования по методу нейтрализации, осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления. Неводное титрование. Установка для кондуктометрического титрования.

Тема 3. Хроматографические методы анализа

Классификация методов хроматографии: по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по механизму разделения, по технике выполнения.

Факторы, влияющие на эффективность и селективность разделения.

Количественный хроматографический анализ: метод нормировки, метод внутренней нормировки, метод внутреннего стандарта.

Методы идентификации веществ в хроматографии. Основные параметры хроматограммы, их определения, индексы удерживания Ковача и их свойства.

Общая характеристика ионной хроматографии. Принципы ионообменного разделения. Особенности строения и свойства сорбентов для ионной хроматографии. Практическое применение ионной хроматографии.

Хроматография на плоскости. Способы получения плоскостных хроматограмм. Бумажная хроматография. Тонкослойная хроматография. Области применения, преимущества и ограничения методов хроматография на плоскости.

Общая характеристика газо-жидкостной хроматографии. Подвижная и неподвижная фазы. Последовательность элюирования веществ из колонки. Коэффициент распределения, его физический смысл. Области применения, преимущества и ограничения газо-жидкостной хроматографии.

Общая характеристика колоночной хроматографии. Классификация методов. Сорбенты и носители, требования к ним. Процессы сорбции и распределения, происходящие в колонке. Области применения.

Тема 4. Оптические методы анализа

Общая характеристика спектроскопических методов. Электромагнитное излучение и его взаимодействие с веществом. Классификация методов.

Атомно-эмиссионный спектральный анализ. Методы атомизации, их достоинства и недостатки. Источники возбуждения. Механизм возникновения раз-

рядов, характеристика источников возбуждения (дуговой разряд: дуга постоянного тока, дуга переменного тока, плазмотрон). Способы стабилизации дугового разряда. (Искровой разряд: конденсированная и управляемая искра, плазмотрон, полый катод, лазер как источник возбуждения в спектральном анализе). Схема и принцип действия.

Типы спектральных приборов. Приборы, используемые для регистрации эмиссионного спектра (кварцевые и с дифракционной решеткой). Основные характеристики спектральных приборов (дисперсия, разрешающая способность, светосила). Способы освещения щели.

Основы фотографического спектрального анализа. Аналитическая зависимость между интенсивностью и концентрацией. Зависимость между оптической плотностью и интенсивностью спектральных линий. Методы эмиссионного спектрального анализа: качественные, полуколичественные количественные методы. Метод трех эталонов. Метод постоянного графика. Метод добавок. Оценка источников ошибок в количественном спектральном анализе.

Атомно-абсорбционные методы анализа. Условия образования поглощающего слоя, поглощение световой энергии атомом, формирование аналитического сигнала. Связь оптической плотности с концентрацией элемента в пламени. Характеристика пламенных и непламенных способов атомизации пробы.

Основные узлы приборов атомно-абсорбционной спектроскопии: I) источники света (лампа с полым катодом); II) монохроматизаторы: 1) оптические фильтры (светофильтры), 2) призмы, 3) дифракционные решетки; III) отделение для пробы (кюветные отделения); IV) приемники (дефлекторы) излучения: фотоэлементы.

Методы молекулярной спектроскопии. Молекулярная абсорбционная спектроскопия в видимой и УФ областях. Общая характеристика метода, его возможности, современное состояние и перспективы развития. Основные законы поглощения электромагнитного излучения. Спектры поглощения, связь между окраской вещества и спектрами поглощения. Физико-химические условия образования фотометрируемых аналитических форм.

Типы фотометрируемых систем. Общая характеристика реагентов, применяемых в фотометрии; требования к ним. Выбор оптимальных условий определения. Устранение влияния сопутствующих компонентов. Аппаратура и техника фотометрируемых измерений. Основные типы приборов, физические основы измерений. Методы количественного анализа: визуальные и объективные (методы сравнения, добавок, градуировочной характеристики).

Рефрактометрия. Сущность метода. Области применения. Устройство, принцип действия рефрактометров. Методы рефрактометрических исследований.

4. Перечень вопросов для подготовки к зачёту

1. Классификация физико-химических методов анализа. Их возможности и области применения. Характеристика методов анализа.
2. Классификация и общая характеристика электрохимических методов анализа.
3. Электроды, применяемые в потенциометрии: назначение, классификация, устройство, принцип работы.
4. Потенциометрия: принципы, лежащие в основе метода, методики проведения анализа, область применения.
5. Кондуктометрия: принципы, лежащие в основе метода, методика проведения анализа, область применения.
6. Вольтамперометрия: принципы, лежащие в основе метода, методика проведения анализа, область применения.
7. Кулонометрия: принципы, лежащие в основе метода, методика проведения анализа, область применения.
8. Классификация и общая характеристика хроматографических методов анализа. Область применения.
9. Хроматография: принципы, лежащие в основе метода, методика проведения анализа, область применения.
10. Высокоэффективная жидкостная хроматография: особенности метода, область применения.
11. Характеристика оптических методов анализа. Области их применения.
12. Теоретические основы фотометрии. Основной закон светопоглощения.
13. Фотоэлектроколориметрия и спектрофотометрия: физические основы методов, области применения.
14. Дать характеристику оптических методов анализа: нефелометрия, турбидиметрия, рефрактометрия, поляриметрия.
15. Математическая обработка результатов анализа. Основные характеристики средств измерения.
16. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Связь оптической плотности со светопропусканием.
17. Методики определения концентрации веществ в фотоэлектроколориметрии и спектрофотометрии.
18. Приведите классификацию физико-химических методов анализа.
19. Устройство и принцип работы спектрофотометра.
20. Методики определения концентрации веществ в рефрактометрии и поляриметрии.
21. Основные понятия в хроматографии.

22. Устройство хроматографа. Хроматографические условия.
23. Хроматограммы. Интерпретация хроматограмм.
24. Устройство хроматографа. Виды детекторов в хроматографах.
25. Классификация электродов в потенциометрии.
26. Методики определения концентрации веществ в потенциометрии.
27. Методики определения концентрации веществ в кондуктометрии.
28. Методики определения концентрации веществ в кулонометрии.
29. Методики определения концентрации веществ в вольтамперометрии.
30. Методики определения концентрации веществ в амперометрии.

5. Учебно-методическое обеспечение курса

Применение системного подхода при изучении дисциплины, позволит выйти на уровень усвоения основных закономерностей в физико-химических методах анализа. Для самостоятельного изучения дисциплины требуется использование основной и дополнительной литературы, имеющейся в электронной библиотеке института, которая представлена ниже.

Основная литература

1. Александрова, Т. П. Физико-химические методы анализа : учебное пособие / Т. П. Александрова, А. И. Апарнев, А. А. Казакова. – Новосибирск : Новосибирский гос. технический ун-т, 2014. – 90 с.

Дополнительная литература

2. Власова, Е. Г. Аналитическая химия: химические методы анализа : учебник / Е. Г. Власова ; под редакцией О. М. Петрухина, Л. Б. Кузнецовой ; художник В. Е. Шкерин. — 2-е изд. — М. : Лаборатория знаний, 2021. — 467 с. — ISBN 978-5-93208-502-8. — Текст : электронный // Лань : ЭБС. — URL: <https://e.lanbook.com/book/166725>.
3. Общая химия. Теория и задачи : учебное пособие для вузов / Н. В. Коровин, Н. В. Кулешов, О. Н. Гончарук [и др.] ; Под ред. проф. Н. В. Коровина и проф. Н. В. Кулешова. — 6-е изд., стер. — Санкт-Петербург : Лань, 2022. — 492 с. — Текст : электронный // Лань : ЭБС. — URL: <https://e.lanbook.com/book/183692>
4. Химия [Текст] : информационно-справочный материал / сост. В. В. Вайтнер, С. Н. Пазникова, И. М. Фоминых. – Екатеринбург : УрИ ГПС МЧС России, 2020 . – 22 с.

1. Примерный билет для зачёта

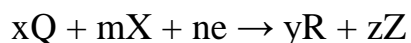
2.

Уральский институт ГПС МЧС России	БИЛЕТ № Кафедра химии и процессов горения Дисциплина «Физико-химические методы анализа»	Утверждаю Начальник кафедры
		« » 201 г.
1. Сущность метода потенциометрического титрования. Методы определения конечной точки потенциометрического титрования. 2. Устройство хроматографа. Виды детекторов в хроматографах. 3. Измеренный показатель преломления раствора кальция хлорида 1,3442. Ближайшие табличные значения 1,3434 и 1,3445, соответствующие концентрациям 9% и 10%. Найти содержание хлорида кальция в растворе.		

Пример решения билета

Вопрос №1. Сущность метода потенциометрического титрования. Методы определения конечной точки потенциометрического титрования.

Потенциометрические определения основаны на использовании зависимости электродвижущей силы ячейки, составленной из индикаторного электрода и электрода сравнения, от концентрации (активности) определяемого вещества в анализируемом растворе, входящего в состав окислительно-восстановительной (ОВ) системы. В общем случае окислительно-восстановительную реакцию можно выразить уравнением:



где Q и R - компоненты ОВ-реакции;

X и Z вещества, участвующие в процессе (в большинстве случаев - ионы водорода и вода);

x, m, n, y, z стехиометрические коэффициенты.

Уравнение электродного потенциала этой реакции

$$\varphi = \varphi^0 + \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \cdot \ln(a_Q^x \cdot a_X^m \cdot a_R^y \cdot a_Z^z)$$

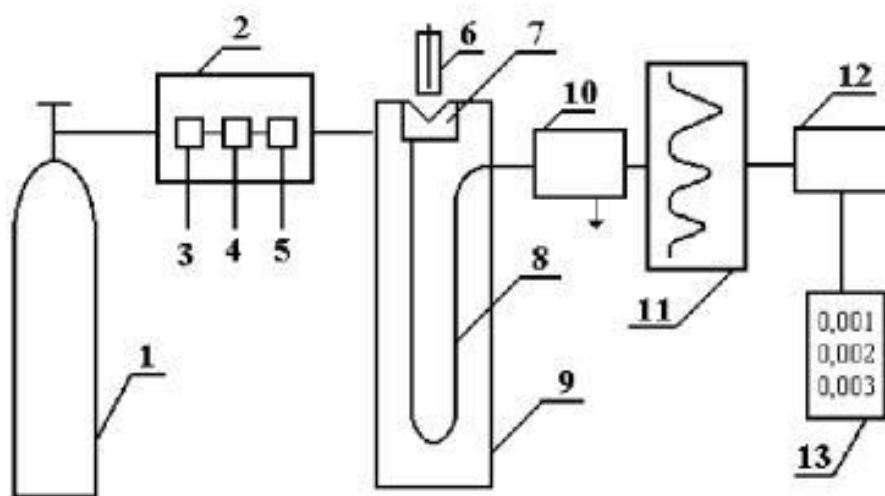
Если в окислительно-восстановительной реакции участвует ион водорода, то потенциал электрода зависит и от величины рН раствора. При этом окислительно-восстановительная система, определяющая потенциал электрода, может состоять как из компонентов, находящихся в растворе, так и возникать при погружении индикаторного электрода в раствор. Таким является стеклянный электрод, потенциал которого устанавливается в результате обмена наружной по-

верхностью его стеклянного шарика ионов натрия на ионы водорода анализируемого раствора. В диапазоне $pH = 1-12$ потенциал стеклянного электрода является линейной функцией величины pH и не зависит от присутствия в растворе окислителей или восстановителей.

При потенциометрическом титровании кислоты (щелочи) конец титрования определяют по резкому изменению потенциала стеклянного (индикаторного) электрода вблизи точки эквивалентности, когда скачкообразно изменяется величина pH анализируемого раствора. Изменение pH раствора в процессе титрования фиксируется относительно электрода сравнения высокоомным потенциометром (pH -метром), а точка эквивалентности определяется графическим или расчетным способом.

Вопрос №2. Устройство хроматографа. Виды детекторов в хроматографах.

Хроматографы - приборы или установки для хроматографического разделения и анализа смесей веществ. Основными частями хроматографа являются: система для ввода исследуемой смеси веществ (пробы); хроматографическая колонка; детектирующее устройство (детектор); системы регистрации и термостатирования; приспособления для взятия проб и приёмники для разделённых компонентов.



Блок-схема газового хроматографа

1 – баллон со сжатым газом; 2 – блок подготовки газа-носителя; 3 – фильтр; 4 – измеритель расхода газа; 5 – регулятор расхода газа; 6 – микрошприц для введения пробы; 7 – испаритель; 8 – хроматографическая колонка; 9 – термостат; 10 – детектор; 11 – самописец; 12 – интегратор; 13 – цифropечатающее устройство

Наиболее распространённые детекторы газовых хроматографов - *термокондуктометрические* и *ионизационные*. Типичным примером первых является детектор по теплопроводности (*катарометр*), в мостовую цепь которого включены две ячейки для измерения теплопроводности; через них протекают потоки чистого газа-носителя и бинарная смесь. Теплопроводность последней отлича-

ется от теплопроводности чистого газа-носителя; поэтому при прохождении бинарной смеси через чувствительный элемент детектора - нагретую спираль с сопротивлением 10-80 Ом - меняются температура и сопротивление спирали в зависимости от концентрации компонента.

Такой детектор позволяет определять концентрации веществ в пределах 10^{-1} - $10^{-2}\%$.

Вопрос №3. Измеренный показатель преломления раствора кальция хлорида 1,3442. Ближайшие табличные значения 1,3434 и 1,3445, соответствующие концентрациям 9% и 10%. Найти содержание хлорида кальция в растворе.

Решение:

Разность табличных показателей преломления соответствует одному проценту концентрации. $1,3445 - 1,3434 = 0,0011$. Разность найденного показателя преломления и одного из табличных значений (например, для 10%-го раствора) $1,3445 - 1,3442 = 0,0003$ соответствует $x\%$. Отсюда

$$0,0011 - 1\%$$

$$0,0003 - X$$

$$x = \frac{0,0003 \cdot 1}{0,0011} = 0,27\%$$

Соответственно значение хлорида кальция в растворе будет на 0,27% ниже большего значения (10%) т.е. $10 - 0,27 = 9,73\%$

Ответ: содержание хлорида кальция в растворе составляет 9,73 %.