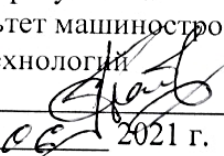


Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Комсомольский-на-Амуре государственный университет»

УТВЕРЖДАЮ
Декан факультета
Факультет машиностроительных и химиче-
ских технологий
 Саблин П.А.
«16» 09 2021 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

«Физико-химические методы анализа»

Направление подготовки	18.03.01 Химическая технология
Направленность (профиль) образовательной программы	Технологии переработки полезных ископаемых и извлечения драгоценных металлов
Квалификация выпускника	Бакалавр
Год начала подготовки (по учебному плану)	2021
Форма обучения	Очная форма
Технология обучения	Традиционная

Курс	Семестр	Трудоемкость, з.е.
3	5	2

Вид промежуточной аттестации	Обеспечивающее подразделение
Зачёт	Кафедра «Химия и химические технологии»


Разработчик рабочей программы:

Заведующий кафедрой, Доцент,
Доктор химических наук

 Шакирова О.Г.

СОГЛАСОВАНО:

Заведующий кафедрой
Кафедра «Химия и химические технологии»

 Шакирова О.Г.

1 Введение

Рабочая программа и фонд оценочных средств дисциплины «Физико-химические методы анализа» составлены в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта, утвержденного приказом Минобрнауки Российской Федерации от 07.08.2020 № 922, и основной профессиональной образовательной программы подготовки «Технологии переработки полезных ископаемых и извлечения драгоценных металлов» по направлению подготовки «18.03.01 Химическая технология».

Практическая подготовка реализуется на основе:

Профессиональный стандарт 27.047 «СПЕЦИАЛИСТ ПО ПИРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОМУ ПРОИЗВОДСТВУ ТЯЖЕЛЫХ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ».

Обобщенная трудовая функция: D Организация согласованной работы подразделений пирометаллургического производства тяжелых цветных металлов.

НЗ-8 Достижения науки и техники, передовой отечественный и зарубежный опыт в технологии и организации работ в пирометаллургическом производстве.

Профессиональный стандарт 27.066 «СПЕЦИАЛИСТ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА В МЕТАЛЛУРГИИ».

Обобщенная трудовая функция: B Осуществление сложных химических анализов без предварительного разделения компонентов в металлургическом производстве.

ТД-2 Проведение пробного сложного химического анализа с использованием внедряемого средства измерения, оборудования и (или) по новой методике, ТД-6 Настройка и градуировка средств измерения, испытательного оборудования в соответствии со своей компетенцией, ТД-9 Проведение определения неорганических и органических примесей в воде и анализ реагентов в металлургическом производстве спектральными, электрохимическими, хроматографическими методами и с использованием анализаторов, ТД-11 Проведение определения органических и неорганических примесей в воздушной среде рабочей зоны и газообразных промышленных выбросах спектральными, электрохимическими методами, НЗ-2 Государственные стандарты на методики и методы проведения химического анализа, НЗ-2 Общая, аналитическая, физическая химия, физико-химические методы анализа, химия продукции производства цветной и черной металлургии, НЗ-7 Общая, аналитическая, физическая химия, физико-химические методы анализа, химия продукции производства цветной и черной металлургии, НУ-4 Оценивать эффективность использования внедряемого средства измерения, оборудования и (или) новой методики для проведения сложного химического анализа применительно к конкретной лаборатории, НУ-8 Применять при определении органических и неорганических примесей в воздушной среде рабочей зоны, газообразных промышленных выбросах, газах и их смесях методы атомно-эмиссионной спектроскопии, атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой, флуориметрические на анализаторе жидкости, инверсионной вольтамперометрии, НУ-9 Применять при определении органических и неорганических примесей в воде и анализе реагентов в металлургическом производстве методы инфракрасной спектроскопии, экстракционно-фотометрические, ионометрические, фотометрические в проточно-инжекционном и проточном режимах, флуориметрические, рентгенофлуоресцентные, атомно-эмиссионной спектроскопии, пламенно-эмиссионной спектроскопии, атомно-абсорбционной спектроскопии, НУ-10 Применять при определении неорганических примесей в воде в металлургическом производстве методы инверсионной вольтамперометрии и полярографические методы, НУ-10 Применять при определении состава воздушной среды рабочей зоны, газообразных промышленных выбросов в металлургическом производстве, коксового, доменного, природного газа и смесей газов газохроматографические методы с установленными способами детектирования (термокондуктометрическое пламенно-ионизационное, фотоионизационное, термоионное электронозахватное; пламенно-фотометрическое, хемилюминисцентное) и высокоэффективной жидкостной хроматогра-

фии, НУ-11 Применять при определении органических и неорганических примесей в воде и анализе реагентов в металлургическом производстве методы ионной и газожидкостной хроматографии, НУ-15 Выявлять и устранять причины получения ложных результатов испытаний, НУ-15 Применять методы статистической обработки и метрологической оценки результатов количественного химического анализа воды и реагентов, НУ-16 Выявлять и устранять причины получения ложных результатов испытаний.

Задачи дисциплины	Освоение теории инструментальных методов анализа и приобретение навыков самостоятельного определения качественного и количественного химического состава веществ.
Основные разделы / темы дисциплины	Спектроскопические методы. Электрохимические методы анализа. Хроматографические методы анализа. Другие физико-химические методы анализа.

2 Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с индикаторами достижения компетенций

Процесс изучения дисциплины «Физико-химические методы анализа» направлен на формирование следующих компетенций в соответствии с ФГОС ВО и основной образовательной программой (таблица 1):

Таблица 1 – Компетенции и индикаторы их достижения

Код и наименование компетенции	Индикаторы достижения	Планируемые результаты обучения по дисциплине
Общепрофессиональные		
ОПК-2 Способен использовать математические, физические, физико-химические, химические методы для решения задач профессиональной деятельности	ОПК-2.1 Знает математические, физические, физико-химические, химические методы для решения задач профессиональной деятельности ОПК-2.2 Умеет решать задачи профессиональной деятельности при помощи математических, физических, физико-химических, химических методов ОПК-2.3 Владеет навыками выполнения математических расчетов, физических, физико-химических, химических экспериментов для решения задач профессиональной деятельности	Знает теоретические основы качественного анализа веществ; специфику основных методов контроля сырья и готовой продукции; теоретические основы количественного анализа. Умеет характеризовать свойства соединений на основе их химической формулы и строения; проводить лабораторные испытания смоделированных систем. Владеет методами теоретического исследования; методами идентификации соединений
ОПК-5 Способен осуществлять экспериментальные исследования и испытания по заданной	ОПК-5.1 Знает основные правила поиска и отбора информации, методы ее использования для подготовки и принятия решений в научных исследованиях и в прак-	Знает методы разделения, концентрирования веществ; теоретические основы химических и физико-химических методов анализа, обработки результатов

<p>методике, проводить наблюдения и измерения с учетом требований техники безопасности, обрабатывать и интерпретировать экспериментальные данные</p>	<p>тической технической деятельности, методики проведения экспериментальных исследований и испытания</p> <p>ОПК-5.2 Умеет использовать, систематизировать и анализировать методическую, научно-техническую и технологическую литературу, в том числе на иностранном языке, для принятия решений в научных исследованиях и в практической технической деятельности; осуществлять экспериментальные исследования и испытания по заданной методике, проводить наблюдения и измерения с учетом требований техники безопасности</p> <p>ОПК-5.3 Владеет навыками использования информации для принятия решений в научных исследованиях и в практической технической деятельности, обработки и интерпретации экспериментальных данных</p>	<p>анализа.</p> <p>Умеет выбирать метод анализа для заданной аналитической задачи; проводить статистическую обработку результатов. Владеет методами проведения химического анализа; навыками метрологической оценки результатов химического анализа.</p>
--	--	--

3 Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы

Дисциплина «Физико-химические методы анализа» изучается на 3 курсе, 5 семестре.

Дисциплина входит в состав блока 1 «Дисциплины (модули)» и относится к базовой части.

Для освоения дисциплины необходимы знания, умения, навыки и / или опыт практической деятельности, сформированные в процессе изучения дисциплин / практик: «Средства автоматизированных вычислений», «Математика», «Физика», «Теория вероятностей и математическая статистика», «Иностранный язык», «Философия», «Аналитическая химия».

Дисциплина «Физико-химические методы анализа» частично реализуется в форме практической подготовки. Практическая подготовка организуется путем проведения / выполнения лабораторных работ, самостоятельных работ.

Дисциплина «Физико-химические методы анализа» в рамках воспитательной работы направлена на формирование у обучающихся активной гражданской позиции, уважения к правам и свободам человека, знания правовых основ и законов, воспитание чувства ответственности или умения аргументировать, самостоятельно мыслить, развивает творчество, профессиональные умения или творчески развитой личности, системы осознанных знаний, ответственности за выполнение учебно-производственных заданий и т.д.

4 Объем дисциплины (модуля) в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающихся

Общая трудоемкость (объем) дисциплины составляет 2 з.е., 72 акад. час.

Распределение объема дисциплины (модуля) по видам учебных занятий представлено в таблице 2.

Таблица 2 – Объем дисциплины (модуля) по видам учебных занятий

Объем дисциплины	Всего академических часов
Общая трудоемкость дисциплины	72
Контактная аудиторная работа обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий), всего	32
В том числе:	
занятия лекционного типа (лекции и иные учебные занятия, предусматривающие преимущественную передачу учебной информации педагогическими работниками), в том числе в форме практической подготовки:	16
занятия семинарского типа (семинары, практические занятия, практикумы, лабораторные работы, коллоквиумы и иные аналогичные занятия), в том числе в форме практической подготовки:	16
Самостоятельная работа обучающихся и контактная работа , включающая групповые консультации, индивидуальную работу обучающихся с преподавателями (в том числе индивидуальные консультации); взаимодействие в электронной информационно-образовательной среде вуза	40
Промежуточная аттестация обучающихся – Зачёт	0

5 Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебной работы

Таблица 3 – Структура и содержание дисциплины (модуля)

Наименование разделов, тем и содержание материала	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу обучающихся и трудоемкость (в часах)			
	Контактная работа преподавателя с обучающимися			СРС
	Лекции	Семинарские (практические занятия)	Лабораторные занятия	
Спектроскопические методы.				
Спектроскопические методы	6			

<i>Эмиссионный спектральный анализ. Абсорбционная спектроскопия. Спектроскопические методы. Люминесцентные методы анализа. Рефрактометрический метод.</i>				
ИК-спектроскопия			4	
Рефрактометрия			2	
Электрохимические методы анализа.				
Электрохимические методы анализа. <i>Потенциометрия. Кондуктометрия. Методы, основанные на электролизе.</i>	6			
рН-метрия			4	
Кондуктометрическое титрование			4	
Хроматографические методы анализа.				
Хроматографические методы анализа. <i>Теоретические основы хроматографии. Применение хроматографических методов. Сорбенты, носители. Растворители, проявители в хроматографическом анализе.</i>	2			
Другие физико-химические методы анализа.				
Другие физико-химические методы анализа. <i>Дифференциально-термический метод. ЭПР, ЯМР-методы, термометрическое титрование.</i>	2			
Термический анализ			2	
Текущий контроль				
Подготовка				40
ИТОГО по дисциплине	16		16	40

6 Внеаудиторная самостоятельная работа обучающихся по дисциплине (модулю)

При планировании самостоятельной работы студенту рекомендуется руководствоваться следующим распределением часов на самостоятельную работу (таблица 4):

Таблица 4 – Рекомендуемое распределение часов на самостоятельную работу

Компоненты самостоятельной работы	Количество часов
Выполнение отчета и подготовка к защите РГР	40

7 Оценочные средства для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине (модулю)

Фонд оценочных средств для проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации представлен в Приложении 1.

Полный комплект контрольных заданий или иных материалов, необходимых для оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю), практике хранится на кафедре-разработчике в бумажном и электронном виде.

8 Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля)

8.1 Основная литература

- 1 Валова (Копылова), В. Д. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : Практикум / В. Д. Валова (Копылова), Е. И. Паршина. - М. : Издательско-торговая корпорация «Дашков и К^о», 2013. - 200 с. // ZNANIUM.COM : электронно-библиотечная система. – Режим доступа: <http://www.znanium.com/catalog.php>
- 2 Валова (Копылова), В. Д. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : практикум / В. Д. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе. - М. : Издательско-торговая корпорация «Дашков и К^о», 2012. - 224 с. // ZNANIUM.COM : электронно-библиотечная система. - Режим доступа: <http://www.znanium.com/catalog.php>
- 3 Криштафович, В.И. Физико-химические методы исследования [Электронный ресурс] : учебник для бакалавров / В. И. Криштафович, Д. В. Криштафович, Н. В. Еремеева. — М. : Издательско-торговая корпорация «Дашков и К^о», 2015. — 208 с. // ZNANIUM.COM : электронно-библиотечная система. - Режим доступа: <http://www.znanium.com/catalog.php>
- 4 Ляликов, Ю.С. Физико-химические методы анализа: Учебное пособие для вузов / Ю. С. Ляликов. - 5-е изд., перераб. и доп. - М.: Химия, 1974. - 536с., чз-1экз аб-15экз

8.2 Дополнительная литература

- 1 Неразрушающие методы контроля материалов : учебное пособие для вузов / Н. А. Семашко, Б. Н. Марьин, В. В. Селезнев, О. В. Башков. - Комсомольск-на-Амуре: Изд-во Комсомольского-на-Амуре гос.техн.ун-та, 2003. - 139с., чз-1экз аб-5экз.
- 2 Неразрушающий контроль и диагностика : справочник / под ред. В.В.Клюева. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Машиностроение, 2005; 2003. - 656с., 14экз.
- 3 Средства и методы неразрушающего контроля качества продукции : учебное пособие для вузов / Под общ.ред. В.А.Кима. - Комсомольск-на-Амуре: Изд-во Комсомольского-на-Амуре гос.техн.ун-та, 2011. - 143с., чз-1экз аб-5экз.
- 4 Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: учебник для вузов: в 2 кн. Кн.2 : Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа / Ю. Я. Харитонов. - 3-е изд., стер. - М.: Высшая школа, 2005. - 560с., чз-1 экз аб-10 экз.

8.3 Методические указания для студентов по освоению дисциплины

1. Физико-химические методы анализа: Учебное пособие / сост.: О.Г. Шакирова – Комсомольск-на-Амуре: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Комсомольский-на-Амуре гос. техн. ун-т», 2012. – 66 с.
2. Физико-химические методы анализа: методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» / сост.: И.И. Золотарев. – Комсомольск-на-Амуре: ФГБОУ ВПО «КНАГТУ», 2015. – 210 с.

8.4 Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы, используемые при осуществлении образовательного процесса по дисциплине

1. Реферативно-библиографические базы данных ВИНТИ по естественным наукам (<http://www.viniti.ru/products/viniti-database>) ► "Химия", "Физика", "Биология" и другие
2. Alkalinity Calculator (water.usgs.gov/alk) ► База данных по щелочности и методам ее определения.
3. ChemExper Chemical Directory (chemexper.com) ► Каталог химических веществ и их поставщиков.
4. ChemDB Web Interface Index (ics.uci.edu) ► ChemDB предлагает бесплатный онлайн инструментарий по химии. Текущая версия содержит более 4 млн описаний соединений и более 8 млн изомеров.
5. ChemSpider (chemspider.com) ► Ресурс открытого доступа, обеспечивающий доступ к миллионам описаний химических структур. Поиск проводится по нескольким базам, в том числе PubMed и NCBI Entrez и др.
6. ChemSynthesis (chemsynthesis.com) ► База данных химических веществ, содержит также информацию по методам их синтеза и физическим свойствам, таким как плотность, точка плавления, точка кипения и т.д.
7. Crystallography Open Database (crystallography.net/cod) ► База данных кристаллических структур органических, неорганических, металло-органических соединений и минералов, за исключением биополимеров.
8. NIST Chemistry WebBook (nist.gov) ► Сайт предоставляет доступ к данным по химии и физике. Коллекции поддерживаются Программой NIST.
9. PubChem Project (syntheticpages.org) ► Поиск более 8 млн соединений по различным критериям. Сайт поддерживается Национальным центром по биотехнологиям.
10. SyntheticPages (syntheticpages.org) ► Это бесплатная интерактивная база данных по химическому синтезу.
11. TOXNET (nlm.nih.gov/index.htm) ► База данных по токсикологии, опасным химическим соединениям, состоянию окружающей среды и здоровья.

8.5 Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины (модуля)

1. Википедия <http://ru.wikipedia.org>
2. Химический портал <http://www.ximuk.ru>
3. Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <http://elibrary.ru>, свободный.
4. Естественнонаучный образовательный портал [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <http://en.edu.ru>, свободный.

8.6 Лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение, используемое при осуществлении образовательного процесса по дисциплине

Таблица 5 – Перечень используемого программного обеспечения

Наименование ПО	Реквизиты / условия использования
OpenOffice	условия использования по ссылке: https://www.openoffice.org/license.html
Microsoft Imagine Premium	Лицензионный договор АЭ223 №008/65 от 11.01.2019

9 Организационно-педагогические условия

Организация образовательного процесса регламентируется учебным планом и расписанием учебных занятий. Язык обучения (преподавания) - русский. Для всех видов аудиторных занятий академический час устанавливается продолжительностью 45 минут.

При формировании своей индивидуальной образовательной траектории обучающийся имеет право на перезачет соответствующих дисциплин и профессиональных модулей, освоенных в процессе предшествующего обучения, который освобождает обучающегося от необходимости их повторного освоения.

9.1 Образовательные технологии

Учебный процесс при преподавании курса основывается на использовании традиционных, инновационных и информационных образовательных технологий. Традиционные образовательные технологии представлены лекциями и семинарскими (практическими) занятиями. Инновационные образовательные технологии используются в виде широкого применения активных и интерактивных форм проведения занятий. Информационные образовательные технологии реализуются путем активизации самостоятельной работы студентов в информационной образовательной среде.

9.2 Занятия лекционного типа

Лекционный курс предполагает систематизированное изложение основных вопросов учебного плана.

На первой лекции лектор обязан предупредить студентов, применительно к какому базовому учебнику (учебникам, учебным пособиям) будет прочитан курс.

Лекционный курс должен давать наибольший объем информации и обеспечивать более глубокое понимание учебных вопросов при значительно меньшей затрате времени, чем это требуется большинству студентов на самостоятельное изучение материала.

9.3 Занятия семинарского типа

Семинарские занятия представляют собой детализацию лекционного теоретического материала, проводятся в целях закрепления курса и охватывают все основные разделы.

Основной формой проведения семинаров является обсуждение наиболее проблемных и сложных вопросов по отдельным темам, а также разбор примеров и ситуаций в аудиторных условиях. В обязанности преподавателя входят: оказание методической помощи и консультирование студентов по соответствующим темам курса.

Активность на семинарских занятиях оценивается по следующим критериям:

- ответы на вопросы, предлагаемые преподавателем;
- участие в дискуссиях;
- выполнение проектных и иных заданий;

- ассистирование преподавателю в проведении занятий.

Ответ должен быть аргументированным, развернутым, не односложным, содержать ссылки на источники.

Доклады и оппонирование докладов проверяют степень владения теоретическим материалом, а также корректность и строгость рассуждений.

Оценивание заданий, выполненных на семинарском занятии, входит в накопленную оценку.

9.4 Самостоятельная работа обучающихся по дисциплине (модулю)

Самостоятельная работа студентов – это процесс активного, целенаправленного приобретения студентом новых знаний, умений без непосредственного участия преподавателя, характеризующийся предметной направленностью, эффективным контролем и оценкой результатов деятельности обучающегося.

Цели самостоятельной работы:

- систематизация и закрепление полученных теоретических знаний и практических умений студентов;
- углубление и расширение теоретических знаний;
- формирование умений использовать нормативную и справочную документацию, специальную литературу;
- развитие познавательных способностей, активности студентов, ответственности и организованности;
- формирование самостоятельности мышления, творческой инициативы, способностей к саморазвитию, самосовершенствованию и самореализации;
- развитие исследовательских умений и академических навыков.

Самостоятельная работа может осуществляться индивидуально или группами студентов в зависимости от цели, объема, уровня сложности, конкретной тематики.

Технология организации самостоятельной работы студентов включает использование информационных и материально-технических ресурсов университета.

Контроль результатов внеаудиторной самостоятельной работы студентов может проходить в письменной, устной или смешанной форме.

Студенты должны подходить к самостоятельной работе как к наиважнейшему средству закрепления и развития теоретических знаний, выработке единства взглядов на отдельные вопросы курса, приобретения определенных навыков и использования профессиональной литературы.

9.5 Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины

При изучении дисциплины обучающимся целесообразно выполнять следующие рекомендации:

1. Изучение учебной дисциплины должно вестись систематически.
2. После изучения какого-либо раздела по учебнику или конспектным материалам рекомендуется по памяти воспроизвести основные термины, определения, понятия раздела.
3. Особое внимание следует уделить выполнению отчетов по практическим занятиям и индивидуальным комплексным заданиям на самостоятельную работу.
4. Вся тематика вопросов, изучаемых самостоятельно, задается на лекциях преподавателем. Им же даются источники (в первую очередь вновь изданные в периодической научной литературе) для более детального понимания вопросов, озвученных на лекции.

При самостоятельной проработке курса обучающиеся должны:

- просматривать основные определения и факты;

- повторить законспектированный на лекционном занятии материал и дополнить его с учетом рекомендованной по данной теме литературы;
- изучить рекомендованную литературу, составлять тезисы, аннотации и конспекты наиболее важных моментов;
- самостоятельно выполнять задания, аналогичные предлагаемым на занятиях;
- использовать для самопроверки материалы фонда оценочных средств.

10 Описание материально-технического обеспечения, необходимого для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

10.1 Учебно-лабораторное оборудование

Таблица 6 – Перечень оборудования лаборатории

Аудитория	Наименование аудитории (лаборатории)	Используемое оборудование
417/1	Мультимедийная аудитория, вместимостью 30 человек.	Современные средства воспроизведения и визуализации любой видео и аудио информации, получения и передачи электронных документов. Типовая ком-плектация мультимедийной аудитории состоит из: мультимедийного проектора, автоматизированного проекционного экрана, акустической системы, включающей тач скрин доску, персональный компьютер (с техническими характеристиками не ниже Intel Core i3-2100, DDR3 4096Mb, 500Gb), интерфейсы подключения: USB, audio, HDMI.
422/1	Лаборатория аналитической химии	Химическая посуда, реактивы
208/2	Центр коллективного пользования/ Лаборатория термической обработки и термического анализа	Синхронный термоанализатор STA 409 PC Luxx (Дериватограф), Дилатометр DIL 402 PC, Прибор для измерения теплопроводности ИТ- λ -400
217/2	Центр коллективного пользования/ Лаборатория спектрального анализа	Инфракрасный спектрофотометр IRAffinity-1, Спектроанализатор оптико-эмиссионный Q4 TASMANN 170 Bruker
115/2	Центр коллективного пользования/ Лаборатория химического анализа	Атомно-абсорбционный спектрофотометр с автодозатором AAC-6800, Газовый хромато масс-спектрометр GCMS-QP2010 Ultra, Хроматограф GC-2010, Рентгенофлуоресцентный анализатор Rigaku Nex CG
123/2	Центр коллективного пользования / Лаборатория электронной микроскопии	Сканирующий электронный микроскоп SEM S-3400N

При реализации дисциплины «Физико-химические методы анализа» на базе профильной организации используется материально-техническое обеспечение, перечисленное в таблице 6.1.

Таблица 6.1 – Материально-техническое обеспечение дисциплины

Стандартное или специализированное оборудование, обеспечивающее выполнение заданий	Назначение оборудования
Химическая посуда, реактивы Синхронный термоанализатор STA 409 PC Luxx (Дериватограф), Дилатометр DIL 402 PC, Прибор для измерения теплопроводности ИТ- λ -400 Инфракрасный спектрофотометр IRAffinity-1, Спектроанализатор оптико-эмиссионный Q4 TASMEN 170 Bruker Атомно-абсорбционный спектрофотометр с автодозатором AAC-6800, Газовый хромато масс-спектрометр GCMS-QP2010 Ultra, Хроматограф GC-2010, Рентгенофлуоресцентный анализатор Rigaku Nex CG Сканирующий электронный микроскоп SEM S-3400N	проведение экспериментов

10.2 Технические и электронные средства обучения

Отсутствуют

11 Иные сведения

Методические рекомендации по обучению лиц с ограниченными возможностями здоровья и инвалидов

Освоение дисциплины обучающимися с ограниченными возможностями здоровья может быть организовано как совместно с другими обучающимися, так и в отдельных группах. Предполагаются специальные условия для получения образования обучающимися с ограниченными возможностями здоровья.

Профессорско-педагогический состав знакомится с психолого-физиологическими особенностями обучающихся инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья, индивидуальными программами реабилитации инвалидов (при наличии). При необходимости осуществляется дополнительная поддержка преподавания тьюторами, психологами, социальными работниками, прошедшими подготовку ассистентами.

В соответствии с методическими рекомендациями Минобрнауки РФ (утв. 8 апреля 2014 г. N АК-44/05вн) в курсе предполагается использовать социально-активные и рефлексивные методы обучения, технологии социокультурной реабилитации с целью оказания помощи в установлении полноценных межличностных отношений с другими студентами, создании комфортного психологического климата в студенческой группе. Подбор и разработка учебных материалов производятся с учетом предоставления материала в различных формах: аудиальной, визуальной, с использованием специальных технических средств и информационных систем.

Освоение дисциплины лицами с ОВЗ осуществляется с использованием средств обучения общего и специального назначения (персонального и коллективного использования). Материально-техническое обеспечение предусматривает приспособление аудиторий к нуждам лиц с ОВЗ.

Форма проведения аттестации для студентов-инвалидов устанавливается с учетом индивидуальных психофизических особенностей. Для студентов с ОВЗ предусматривается доступная форма предоставления заданий оценочных средств, а именно:

- в печатной или электронной форме (для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата);
- в печатной форме или электронной форме с увеличенным шрифтом и контрастностью (для лиц с нарушениями слуха, речи, зрения);
- методом чтения ассистентом задания вслух (для лиц с нарушениями зрения).

Студентам с инвалидностью увеличивается время на подготовку ответов на контрольные вопросы. Для таких студентов предусматривается доступная форма предоставления ответов на задания, а именно:

- письменно на бумаге или набором ответов на компьютере (для лиц с нарушениями слуха, речи);
- выбором ответа из возможных вариантов с использованием услуг ассистента (для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата);
- устно (для лиц с нарушениями зрения, опорно-двигательного аппарата).

При необходимости для обучающихся с инвалидностью процедура оценивания результатов обучения может проводиться в несколько этапов.

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

по дисциплине

«Физико-химические методы анализа»

Направление подготовки	18.03.01 Химическая технология
Направленность (профиль) образовательной программы	Технологии переработки полезных ископаемых и извлечения драгоценных металлов
Квалификация выпускника	Бакалавр
Год начала подготовки (по учебному плану)	2021
Форма обучения	Очная форма
Технология обучения	Традиционная

Курс	Семестр	Трудоемкость, з.е.
3	5	2

Вид промежуточной аттестации	Обеспечивающее подразделение
Зачёт	Кафедра «Химия и химические технологии»

1 Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с индикаторами достижения компетенций

Таблица 1 – Компетенции и индикаторы их достижения

Код и наименование компетенции	Индикаторы достижения	Планируемые результаты обучения по дисциплине
Общепрофессиональные		
<p>ОПК-2 Способен использовать математические, физические, физико-химические, химические методы для решения задач профессиональной деятельности</p>	<p>ОПК-2.1 Знает математические, физические, физико-химические, химические методы для решения задач профессиональной деятельности ОПК-2.2 Умеет решать задачи профессиональной деятельности при помощи математических, физических, физико-химических, химических методов ОПК-2.3 Владеет навыками выполнения математических расчетов, физических, физико-химических, химических экспериментов для решения задач профессиональной деятельности</p>	<p>Знает теоретические основы качественного анализа веществ; специфику основных методов контроля сырья и готовой продукции; теоретические основы количественного анализа. Умеет характеризовать свойства соединений на основе их химической формулы и строения; проводить лабораторные испытания смоделированных систем. Владеет методами теоретического исследования; методами идентификации соединений</p>
<p>ОПК-5 Способен осуществлять экспериментальные исследования и испытания по заданной методике, проводить наблюдения и измерения с учетом требований техники безопасности, обрабатывать и интерпретировать экспериментальные данные</p>	<p>ОПК-5.1 Знает основные правила поиска и отбора информации, методы ее использования для подготовки и принятия решений в научных исследованиях и в практической технической деятельности, методики проведения экспериментальных исследований и испытания ОПК-5.2 Умеет использовать, систематизировать и анализировать методическую, научно-техническую и технологическую литературу, в том числе на иностранном языке, для принятия решений в научных исследованиях и в практической технической деятельности; осуществлять экспериментальные исследования и испытания по заданной методике, проводить наблюдения и измерения с учетом требований техники безопасности</p>	<p>Знает методы разделения, концентрирования веществ; теоретические основы химических и физико-химических методов анализа, обработки результатов анализа. Умеет выбирать метод анализа для заданной аналитической задачи; проводить статистическую обработку результатов. Владеет методами проведения химического анализа; навыками метрологической оценки результатов химического анализа.</p>

	ОПК-5.3 Владеет навыками использования информации для принятия решений в научных исследованиях и в практической технической деятельности, обработки и интерпретации экспериментальных данных	
--	--	--

Таблица 2 – Паспорт фонда оценочных средств

Контролируемые разделы (темы) дисциплины	Формируемая компетенция	Наименование оценочного средства	Показатели оценки
РГР	ОПК-2,5	РГР	Правильность решения

2 Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующие процесс формирования компетенций

Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, представлены в виде технологической карты дисциплины (таблица 3).

Таблица 3 – Технологическая карта

Наименование оценочного средства	Сроки выполнения	Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 семестр Промежуточная аттестация в форме «Зачет»			
РГР	16 неделя	200	правильность решения
ИТОГО:		200 баллов	
Критерии оценки результатов обучения по дисциплине: Пороговый (минимальный) уровень для аттестации в форме зачета – 75 % от максимально возможной суммы баллов			

3 Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующие процесс формирования компетенций в ходе освоения образовательной программы

Комплект заданий для РГР

1. При определении меди в образце минерала из навески 1,5000 г были найдены следующие количества оксида меди (в миллиграммах): 580, 585, 545, 578, 592, 588, 580, 584, 602, 587, 586, 581, 579, 587. Определить процентное содержание меди в минерале и точность определения при доверительной вероятности 0,95.

2. При колориметрическом определении цинка были получены следующие результаты:

Взято Zn, Мкг	60	80	100	120	140	160	180	200	220	240	260	280
Найдено Zn, Мкг	54,2	75,8	96,8	119,4	139,1	160,1	180,4	201,0	221,8	242,0	263,2	284,0

Найти стандартное отклонение отдельного определения и сделать выводы о наличии систематической ошибки при определении цинка данным колориметрическим методом.

3. При калибровке миллиамперметра серебряным кулонометром за 60 минут при разной силе тока были получены следующие количества осажденного серебра:

Сила тока, мА	10	25	50	75	100
Масса Ag, мг	42,5	101,9	201,5	299,0	395,5

Построить график калибровки миллиамперметра и определить истинную силу тока, если миллиамперметр показывает 85 мА.

4. Потенциал электрода в зависимости от концентрации ионов водорода определяют по формуле:

$$E = 0,420 + 0,058 \cdot \lg C_{H^+}$$

Найти значение концентрации ионов водорода с учетом ошибки опыта, если потенциал равен $E = (0,250 \pm 0,002)$ В.

5. Для определения давления паров воды при разных температурах предложена формула:

$$P = A \cdot B^{t/(C+t)}$$

где A, B, C – постоянные.

Выбрать системы координат, в которых зависимости между P и t выражались бы прямой.

6. Эталонный термометр на 25 °С снабжен паспортом со следующими данными:

Температура	0	5	10	15	20	25
Поправка	0,00	-0,01	-0,04	-0,06	-0,02	+0,04

При сравнении калибруемого термометра с эталонным были отмечены следующие температуры в градусах Цельсия:

Калибруемый	0,00	6,00	11,00	14,00	21,00	25,00
Эталонный	0,02	6,04	11,08	14,10	20,98	24,94

Построить график поправок к калибруемому термометру и определить истинную температуру, если показания его 7,85 и 18,22 °С.

7. Найти мольную рефракцию и относительную ошибку определения, если масса 1 моль вещества $M = 78,12 \pm 0,02$; плотность $d = 0,8790 \pm 0,0005$; показатель преломления $n = 1,5016 \pm 0,0002$. Выяснить, какое из измерений дает наибольшую ошибку.

8. При прохождении света через слой раствора толщиной 1 см интенсивность его ослабляется на 10 %. Чему равна интенсивность света при прохождении через слой этого же раствора толщиной 10 см.

9. Навеску металла 0,500 г растворили и после окисления содержащегося в нем марганца до MnO_4^- получили 100,0 мл раствора. В качестве стандартного использовали 0,0100 н. раствор $KMnO_4$. При сравнении в колориметре интенсивность окрасок стандартного и исследуемого растворов оказалась равной при толщине слоя соответственно 5 и 8,49 см. Определить содержание марганца в металле (в процентах).

10. Какая толщина слоя окрашенного раствора требуется для ослабления начального потока света в 10 раз, если молярный коэффициент поглощения равен 4750, а концентрация раствора $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

11. Навеску 1,500 г минерала, содержащего титан, растворили и после обработки перекисью водорода получили 250,0 мл окрашенного раствора. В качестве стандартного использовали раствор, содержащий 0,200 г титана в 1 л. Интенсивность окрасок стандартного и исследуемого растворов оказалась равной при толщине слоя соответственно 10 и 6,70 см. Определить содержание TiO_2 в минерале (в процентах).

12. В колориметре возможно изменение толщины поглощающего слоя от 2 до 98 мм. В каких пределах можно определить неизвестную концентрацию, если концентрация раствора сравнения равна 10 мг/мл.

13. Чувствительность колориметрического определения никеля с помощью диметилглиоксима в определенных условиях равна 3 мкг в 50,00 мл раствора. Можно ли этим методом определить содержание никеля в полупроводниковом селене, если его концентрация 10^{19} атом/см³? Какую навеску образца нужно было бы растворить в 10 мл растворителя? Плотность моноклинного кристаллического селена равна 4,46 г/см³.

14. Для определения фосфора в стали по синей окраске восстановленного фосфорномолибденового комплекса на фотометре были получены следующие данные для стандартных образцов стали:

Содержание фосфора в стали, %	0,011	0,024	0,031	0,040	0,055
Показания фотометра	48	29	19	12	5

Определить содержание фосфора в исследуемом образце (в процентах), если показание по шкале диафрагмы составляет 24 деления.

15. – 22. Воспользовавшись уравнением Бугера-Ламберта-Бера, определить параметр, обозначенный x , в указанных единицах:

Но- мер зада- чи	Определяе- мый ион/веществ о	Дли- на вол- ны, нм	ϵ	Тол- щина слоя, см	Ток Ток		Концентра- ция раствора	Оптиче- ская плотность
					начал ьный	ко- неч- ный		
15	MnO_4^-	546	2420	1,00	-	-	0,0150 г/100	x
16	Cu^{2+}	620	3500	1,00	100	75	x мг/мл	-
17	Pb^{2+}	520	7000	5,00	80	x	1,05 мкг/мл	-
18	Fe^{3+}	490	x	2,00	150	95	0,52 мкг/мл	-
19	Al^{3+}	390	6700	x	-	-	$2,5 \cdot 10^{-4}$	0,836
20	Ge^{4+}	510	1000	5,00	200	165	x мкг/мл	-
21	Хинолин	275	4500	2,00	-	-	3 мг/л	x
22	Азобензол	438	1100	5,00	-	-	x мг/мл	0,356

23. – 30. Считая, что между коэффициентом преломления и концентрацией в указанном пределе существует линейная зависимость, определить по приведенным в таблице концентрациям стандартного раствора, коэффициентам преломления (или данным для его определения) концентрацию исследуемого раствора. Условно принимаем плотности стандартного и исследуемого растворов одинаковыми:

Но-	Раствор	$C_{ст}$	C_x	n	n раствора	Плот-	N
-----	---------	----------	-------	-----	--------------	-------	-----

мер задачи				растворителя	стандартного	исследуемого	нось раствор	
23	Этиленгликоль в воде	50 %	моль/л	1,3330	1,3831	1,3546	1,05	-
24	NaCl в воде	6 %	г/мл	1,3330	1,3433	1,3382	1,07	-
25	Бензол в CCl ₄	40 мол. %	мол. %	1,4603	1,4767	1,4695	1,33	-
26	CCl ₄ в ацетоне	чистый	г/мл	1,3591	1,4603	1,4152	1,20	-
27	Бензол в C ₂ H ₄ C l ₂	50 мол. %	г/мл	$\alpha = 46^{\circ}28'$	$\alpha = 41^{\circ}56'$	$\alpha = 44^{\circ}25'$	1,03	1,6164
28	Этанол в воде	30 %	г/л	$\Delta = 16,9$	$\Delta = 70,2$	$\Delta = 45,6$	0,95	-
				(Отчет по шкале погруженного рефрактометра)				
29	Глицерин в воде	C ₁ = 20 % C ₂ = 50 %	моль/л, моль/л	-	1,3575, 1,3981	1,3785	1,07	-
30	Ацетон в воде	C ₁ = 8,2 % C ₂ = 42,7 %	г/л г/л	-	$\alpha_1 = 46^{\circ}28'$ $\alpha_2 = 46^{\circ}28'$	$\alpha = 35^{\circ}25'$	0,96	1,4704

31. При определении жира в порошке какао для обработки навески 1,500 г взято 2,50 мл монобромнафталина, показатель преломления которого равен 1,6570. Показатель преломления монобромнафталина после извлечения жира уменьшился до 1,6420. Определить содержание жира в какао, если известно, что показатель преломления чистого жира какао 1,4630, а плотность его 0,926.

32. – 39. По приведенным данным определить параметр, обозначенный через x :

Номер задачи	Вещество или ион	Сила тока, A	Электрохимический эквивалент	Время, мин.	Количество выделенного вещества
32	-	2,5	1,97 г/(А·ч)	4	x
33	Трехвалентный ион металла	3	x г/(А·ч)	3,5	0,2752 г
34	Двухвалентный ион металла	1,8	0,3054 мг/К	1,42	x , мг
35	Соль середра	2,5	4,025 г/(А·ч)	x	0,5450 г
36	Расплав KCl	x	0,368 г/(А·ч)	1,5	0,25 л Cl ₂
37	Трехвалентный ион металла	15	0,093 мг/К	x	3,78 г
38	Раствор CdCl ₂	x	-	25	0,300 г
39	Одновалентный ион металла	0,35	x мг/К	2,35	0,1037 г

40. – 47. Определить содержание указанного иона (в миллиграммах) методом кулонометрического титрования при постоянной силе тока:

Номер задачи	Определяемое вещество или ион	Генерируемое вещество или ион	Сила тока, мА	Время, мин.
40	Fe^{2+}	Br_2	100	3,5
41	H^+	OH^-	300	5
42	Se^{IV}	I_2	200	7
43	Mo^V	Fe^{2+}	150	15
44	BO_3^{3-}	OH^-	100	10
45	Пиридин	H^+	120	5,5
46	Теобромин	I_2	250	3
47	Zn^{2+}	$[Fe(CN)_6]^{3-}$	300	4,1

48. – 55. При температуре 18 °С удельное сопротивление воды, насыщенной малорастворимым веществом равно ρ . Определить растворимость и ПР указанного соединения, если для чистой воды $\rho = 1,21 \cdot 10^6$ Ом·см:

Номер задачи	Вещество	$\rho \times 10^6$, Ом·см.	Номер задачи	Вещество	$\rho \times 10^6$, Ом·см.
48	SrC_2O_4	0,0185	52	CaF_2	0,0217
49	$BaSO_4$	0,417	53	$TiCl_3$	0,00066
50	$PbSO_4$	0,0307	54	$TiCNS$	0,0009
51	CaC_2O_4	0,104	55	$AgBrO_3$	0,0021

56. Для определения *постоянной* ячейки ее заполнили при температуре 20 °С 0,1000 М раствором хлорида калия. Сопротивление раствора стало равно 324,2 Ом. После заполнения ячейки 0,050 н. раствором серной кислоты оно оказалось 1305,5 Ом. Определить эквивалентную электропроводность раствора серной кислоты.

57. – 64. Вычислить потенциал металлического электрода относительно электрода сравнения при следующих условиях:

Номер задачи	Электрод	Объем электролита, мл	Растворенное вещество и его количество	T , °С	Электрод сравнения
57	Медный	1000	$CuSO_4$ 16 г	18	Водородный
58	Цинковый	500	$ZnSO_4$ 0,1 г-экв	18	Каломельный (0,1 н. НКЭ)
59	Никелевый	1000	$NiCl_2$ 0,5 г-экв	30	Насыщенный каломельный
60	Алюминиевый	200	$AlCl_3$ 27 г	30	Насыщенный каломельный
61	Серебряный	400	$AgNO_3$ 0,2 г-экв	25	Каломельный (1 н. НКЭ)
62	Кадмиевый	1000	$Cd(NO_3)_2$ 18,8 г	25	Водородный
63	Железный	100	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 20,5 г	30	Каломельный (0,1 н. НКЭ)
64	Кобальтовый	200	$CoCl_2$ 0,15 г-экв	25	Хлорсеребряный в 1 н. HCl

65. – 72. Вычислить *pH* раствора по следующим данным:

Номер	Индикаторный	Электрод сравнения	T , °С	ЭДС, В
-------	--------------	--------------------	----------	--------

задачи	электрод			
65	Водородный	Каломельный (0,1 н. НКЭ)	30	0,624
66	Хингидронный	Каломельный (1 н. НКЭ)	25	0,154
67	Водородный	Хлорсеребряный в 0,1 н. HCl	20	0,505
68	Водородный	Окисно-ртутный	25	0,638
69	Хингидронный	Хлорсеребряный в 1 н. KCl	20	0,248
70	Водородный	Насыщенный каломельный	35	0,527
71	Хингидронный	Насыщенный каломельный	40	0,205
72	Хингидронный	Сернокислый ртутный	18	-0,565

73. Рассчитать значение предельного диффузионного тока указанных ионов:

Номер задачи	Ион	Масса 100 капель, мг	Время образования 25 капель, с	$D \cdot 10^5$, см ² /с	Концентрация
73	Cd ²⁺	200	75	0,72	$2 \cdot 10^{-3}$ моль/л
74	Pb ²⁺	215	102	0,98	0,005 г/мл
75	Cu ²⁺	300	100	1,98	0,0020 н.
76	Tl ²⁺	260	112,5	2,00	0,250 г/л
77	Zn ²⁺	310	112,5	0,72	$3 \cdot 10^{-4}$ моль/л
78	Zn ²⁺	280	120	0,69	0,0065 г/мл
79	Cu ²⁺	210	75	1,98	0,001 н.
80	Cd ²⁺	285	95	0,72	0,002 моль/л

81. Рассчитать степень извлечения комплекса бензолом из водного раствора, если исходная концентрация комплекса 0,0025 моль/л, а содержание в бензоле 0,040 моль/л. Отношение объемов органической и водной фаз в процессе экстракции составляет 1 : 20.

82. Определить степень извлечения диметилглиоксимата никеля из 50 мл водного раствора при $pH = 8$ и двукратном встряхивании с 5 мл хлороформа. Коэффициент распределения $D = 410$.

83. Сколько граммов никеля останется в растворе, если через колонку, заполненную 10 г катионита, пропустили 500 мл 0,05 н. раствора соли никеля. Полная динамическая емкость в данных условиях разделения равна 1,4 мг-экв/г.

84. При определении этилового спирта методом газовой хроматографии были получены следующие пики с высотой (h) в зависимости от содержания:

C , мг	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
h , мм	18	37	48	66	83

Для 0,02 мл исследуемого раствора получен пик высотой 57 мм. Определить содержание спирта в исследуемом растворе (в %), если плотность раствора 0,95 г/см³.

85. Распределение фенола (в моль на литр) между водой и бензолом характеризуется следующими величинами:

$C_{\text{водн}}$	0,032	0,12	0,33	0,75
$C_{\text{бенз}}$	0,077	0,016	0,25	0,39

Вычислить D и n по уравнению распределения:

$$D = \frac{C_{\text{бенз}}^n}{C_{\text{водн}}}$$

Как изменится концентрация 0,2 моль/л раствора фенола после обработки его равным объемом бензола.

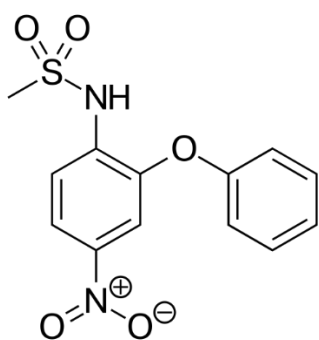
Пример выполнения лабораторных работ

ИК-спектроскопия

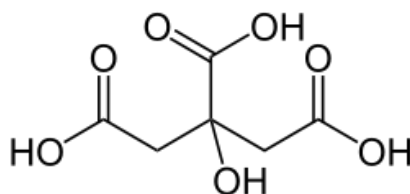
Этот метод анализа основан на записи инфракрасных спектров поглощения вещества. Поглощение веществом в области инфракрасного излучения происходит за счёт колебаний атомов в молекулах. Колебания подразделяются на валентные (когда в ходе колебания изменяются расстояния между атомами) и колебательные (когда в ходе колебания изменяются углы между связями). Переходы между различными колебательными состояниями в молекулах квантованы, благодаря чему поглощение в ИК-области имеет форму спектра, где каждому колебанию соответствует своя длина волны. Понятно, что длина волны для каждого колебания зависит от того какие атомы в нём участвуют, и кроме того она мало зависит от их окружения. То есть для каждой функциональной группы (C=O, O-H, CH₂ и др) характерны колебания определённой длины волны, точнее говоря даже для каждой группы характерен ряд колебаний (соответственно и полос в ИК-спектре). Именно на этих свойствах ИК-спектров основана идентификация соединений по спектральным данным.

Цель: изучить ИК-спектроскопию, применить его на спектрах лекарственного препарата «Нимесил».

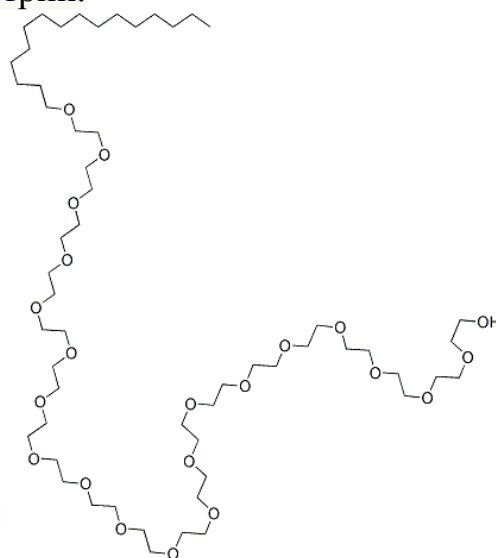
Основное активное вещество препарата «Нимесил» – это нимесулид. Также имеются вспомогательные вещества: лимонная кислота, апельсиновый ароматизатор, кетомacroгол 1000 и мальтодекстрин.



Нимесулид

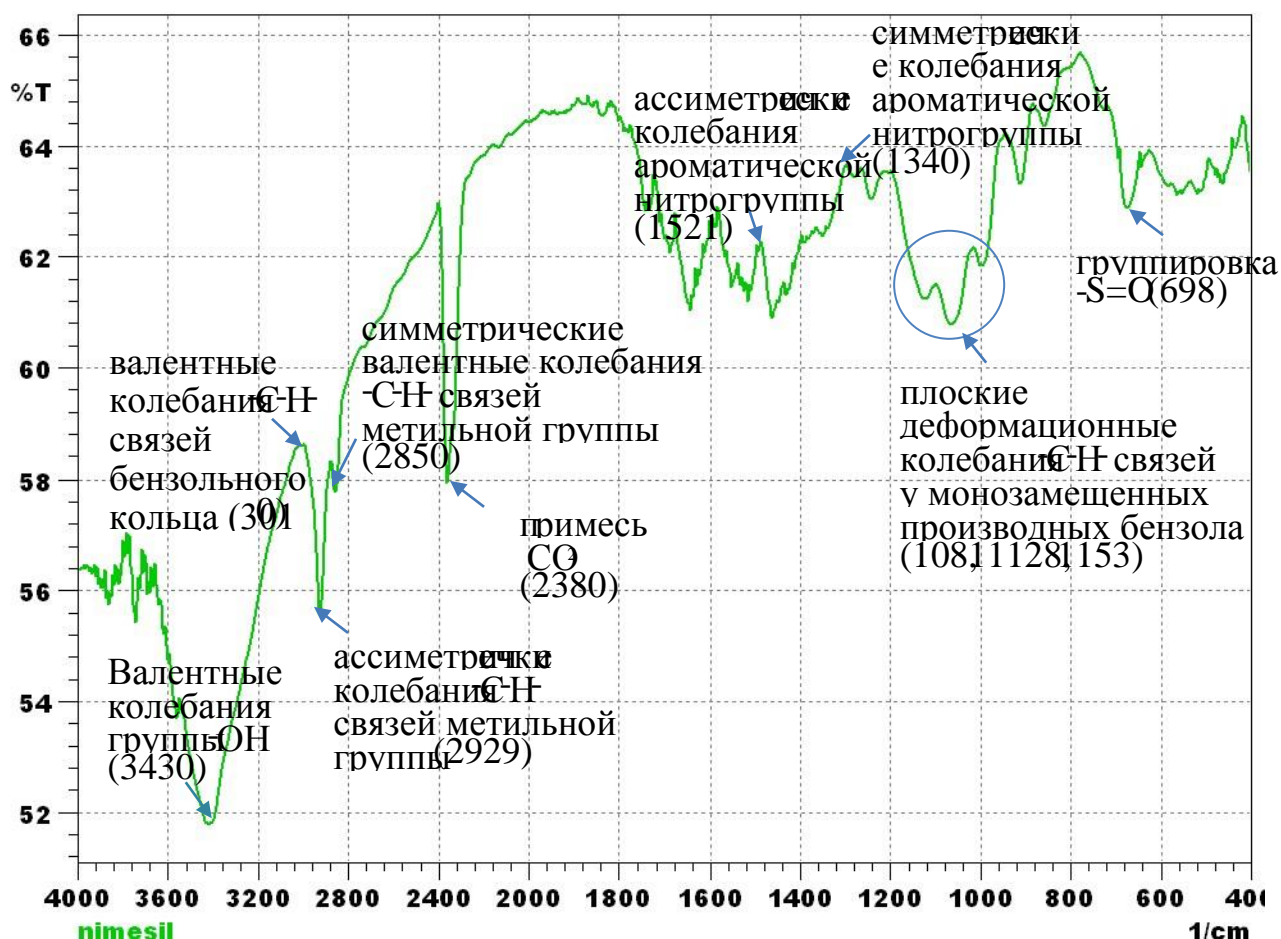


Лимонная кислота



Кетомacroгол 1000

Получен и расшифрован ИК-спектр:



Вывод: на примере нимесила (лекарственного средства) определены валентные и деформационные колебания функциональных групп, входящие в его состав.

Термогравиметрия

Метод термического анализа, при котором регистрируется изменение массы образца в зависимости от температуры.

Этот метод анализа заключается в наблюдении массы исследуемой навески вещества при изменении её температуры. Результатом анализа являются ТГ-кривые — зависимости массы навески (или изменения массы навески) от температуры или времени. Для интерпретации результатов ТГ-анализа необходима обработка ТГ-кривых. В частности, производная от ТГ-сигнала (скорость изменения массы), представляемая кривой ДТГ, позволяет установить момент времени или температуру, при которой изменение веса происходит наиболее быстро.

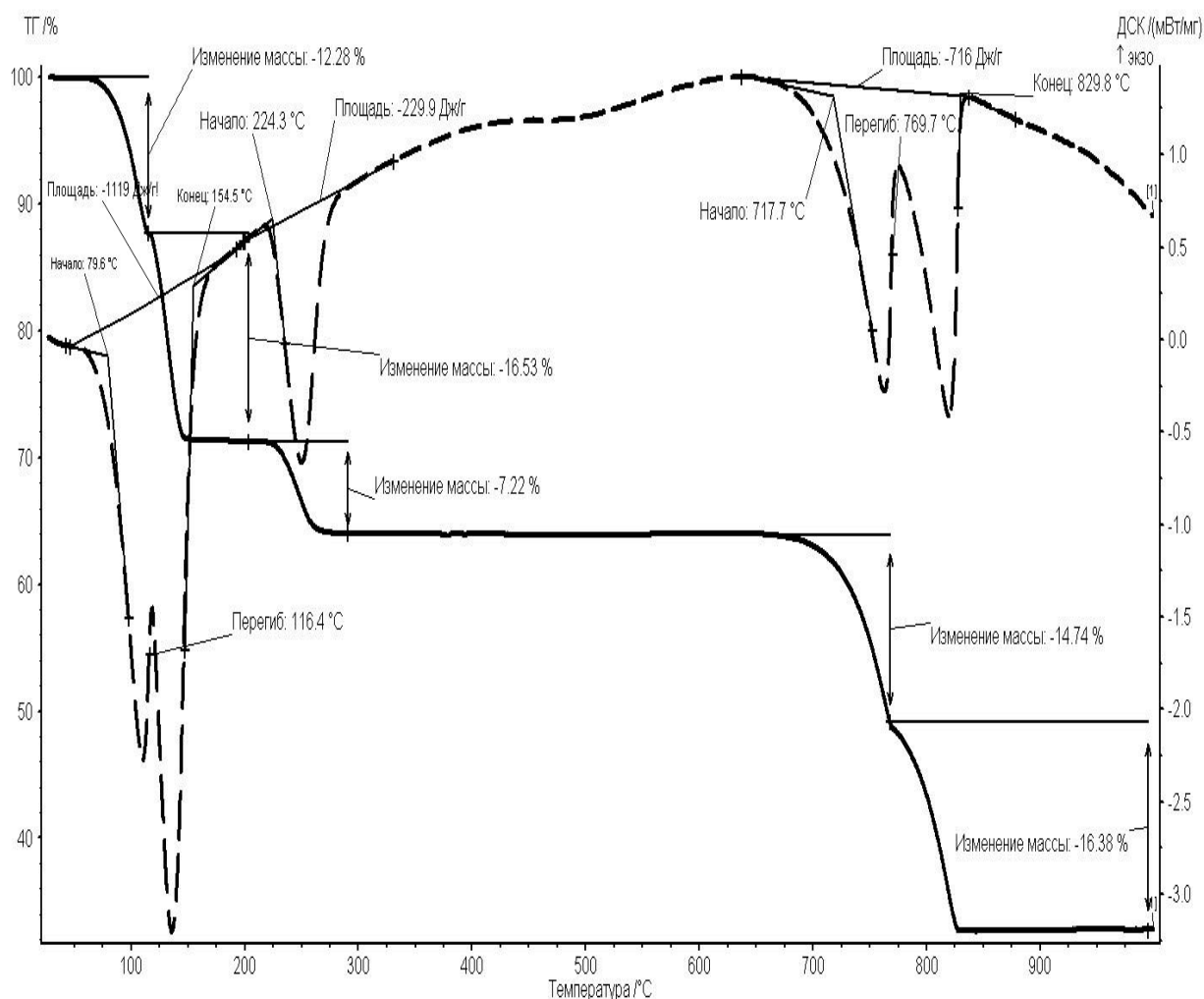
ТГ-анализ широко используется в исследовательской практике для определения температуры деградации полимеров, влажности материалов, доли органических и неорганических компонентов, входящих в состав исследуемого вещества, точки разложения взрывчатых веществ и сухого остатка растворенных веществ. Метод также пригоден для определения скорости коррозии при высоких температурах.

При синхронном ТГ-ДТА/ДСК анализе одновременно измеряется изменение теплового потока и массы образца как функция от температуры или

времени, обычно при этом используется контролируемая атмосфера. Такой синхронный анализ не только увеличивает производительность измерений, но и упрощает интерпретацию результатов, благодаря возможности отделить эндо- и экзотермические процессы, не сопровождающиеся изменением массы (например, фазовые переходы) от тех, при которых происходит изменение массы (например, дегидратация).

Цель: изучить метод термического анализа, построить кривые зависимости массы навески от температуры согласно методу термического анализа на примере медного купороса ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

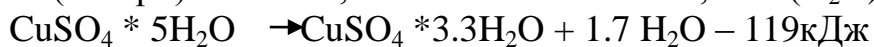
Получена термограмма:



1) В интервале температур 105...125°C происходит потеря 12,28% массы.

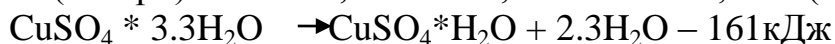
$$M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 250 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{потери}) = 250 \cdot 0,1228 = 30,7 \text{ г/моль} = 1,7 \cdot M(\text{H}_2\text{O})$$



2) В интервале температур 125...150°C происходит потеря 16,53% массы.

$$M(\text{потери}) = 250 \cdot 0,1653 = 41,33 \text{ г/моль} = 2,3 \cdot M(\text{H}_2\text{O})$$



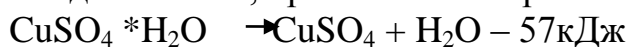
Тепловой эффект отрыва первых четырех молекул воды:

$$Q = -280 \text{ кДж}$$

3) При $t = 250^\circ\text{C}$ происходит потеря 7,22% массы.

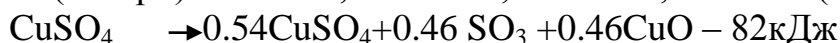
$$M (\text{потери}) = 250 * 0,0722 = 18,05 \text{ г/моль} = 1M (\text{H}_2\text{O})$$

Следовательно, произошла потеря последней молекулы воды.



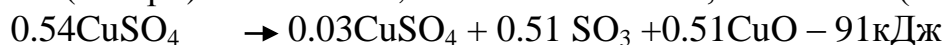
4) При $t = 770^\circ\text{C}$ происходит потеря 14.74% массы.

$$M (\text{потери}) = 250 * 0,1474 = 36,85 \text{ г/моль}, \approx 0.46 M (\text{SO}_3)$$



5) При $t = 825^\circ\text{C}$ происходит потеря 16.38% массы.

$$M (\text{потери}) = 250 * 0,1638 = 41 \text{ г/моль}, \approx 0.51 M (\text{SO}_3)$$



Тепловой эффект отрыва молекулы серного газа:

$$Q = -179 \text{ кДж}$$

б) При t от 900°C до 1000°C масса не менялась. В остатке – 32,85% от первоначальной массы.

$$M (\text{остатка}) = 250 * 0,3285 = 82 \text{ г/моль} \approx 1M (\text{CuO})$$

Вывод: в ходе данной работы изучены такие термические методы анализа как термогравиметрия и дифференциально-сканирующая калориметрия. На основании ТГ и ДСК произведено отнесение всех происходящих реакций к эндотермическим и рассчитаны их тепловые эффекты.

рН-метрия

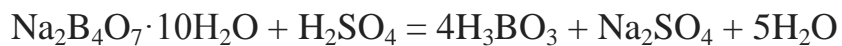
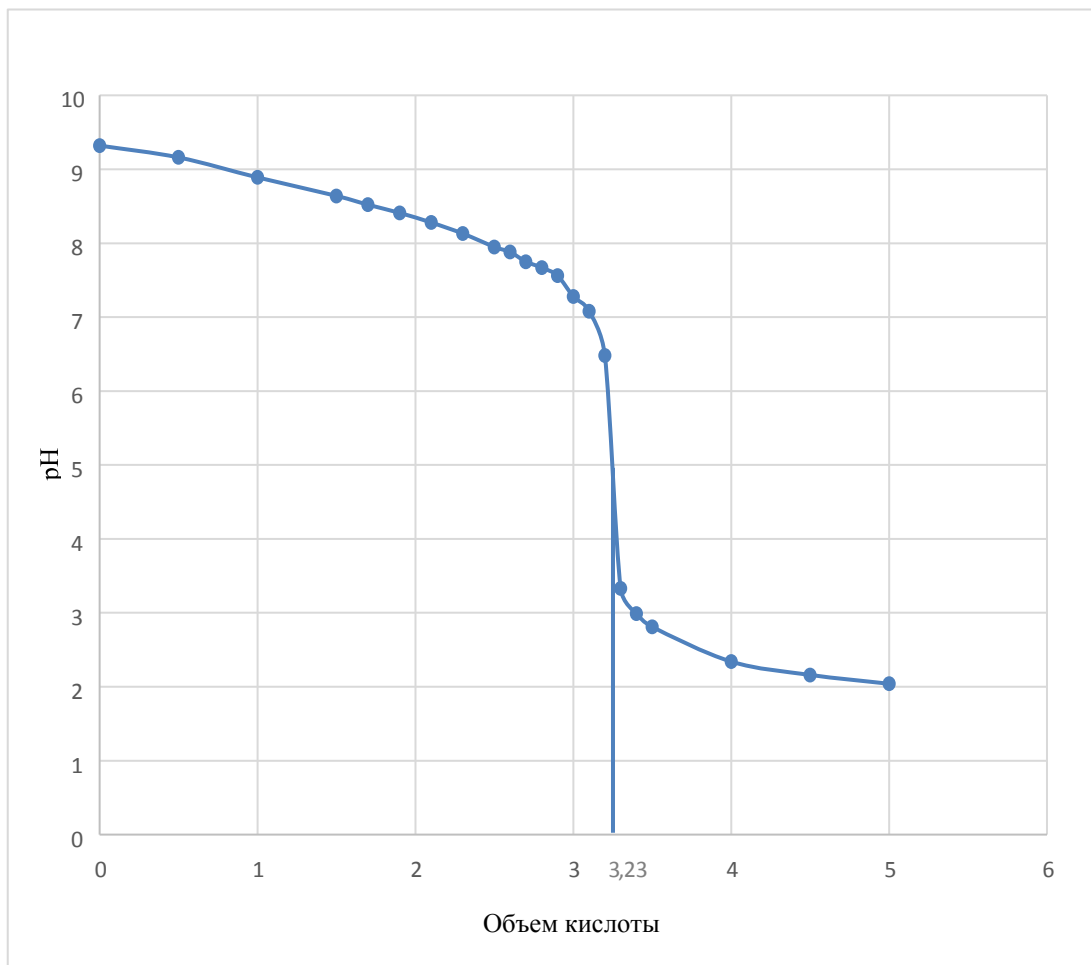
Метод основан на измерении рН растворов. рН-метр - прибор для измерения водородного показателя (показателя рН), характеризующего активность ионов водорода в растворах, воде, пищевой продукции и сырье, объектах окружающей среды и производственных системах непрерывного контроля технологических процессов, в том числе в агрессивных средах. В частности, рН-метр применяется для аппаратного мониторинга рН растворов разделения урана и плутония, где требования к корректности показаний аппаратуры без её калибровки чрезвычайно высоки.

Цель: определить концентрацию МДЭА (метиламиндиэтанола-1) с помощью рН-метрического и термометрического титрования.

Стандартизация раствора серной кислоты по буре

Объем кислоты	рН	Температура
0	9,32	25,9
0,5	9,16	26,7
1	8,89	27,7
1,5	8,64	27,7
1,7	8,52	27,7
1,9	8,41	27,7
2,1	8,28	27,7
2,3	8,13	27,8
2,5	7,95	27,8

2,6	7,88	27,8
2,7	7,75	27,8
2,8	7,67	27,8
2,9	7,56	27,8
3	7,28	27,8
3,1	7,08	27,8
3,2	6,48	27,8
3,3	3,33	27,8
3,4	2,99	27,8
3,5	2,81	27,8
4	2,34	27,8
4,5	2,16	27,8
5	2,04	27,8

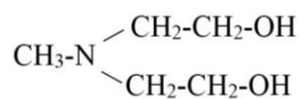


$$V_3 = 3,23 \text{ мл}$$

$$C_{\text{к-ты}} = C_6 \cdot V_6 / V_{\text{к-ты}} = 0,1 \cdot 50 / 3,23 = 1,548 \text{ Н}$$

Определение МДЭА по серной кислоте

вещество:



или $\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NO}_2$

$M=119$ Г/МОЛЬ

$V=0,1$ л

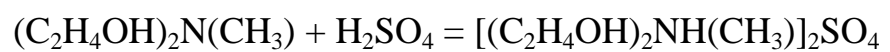
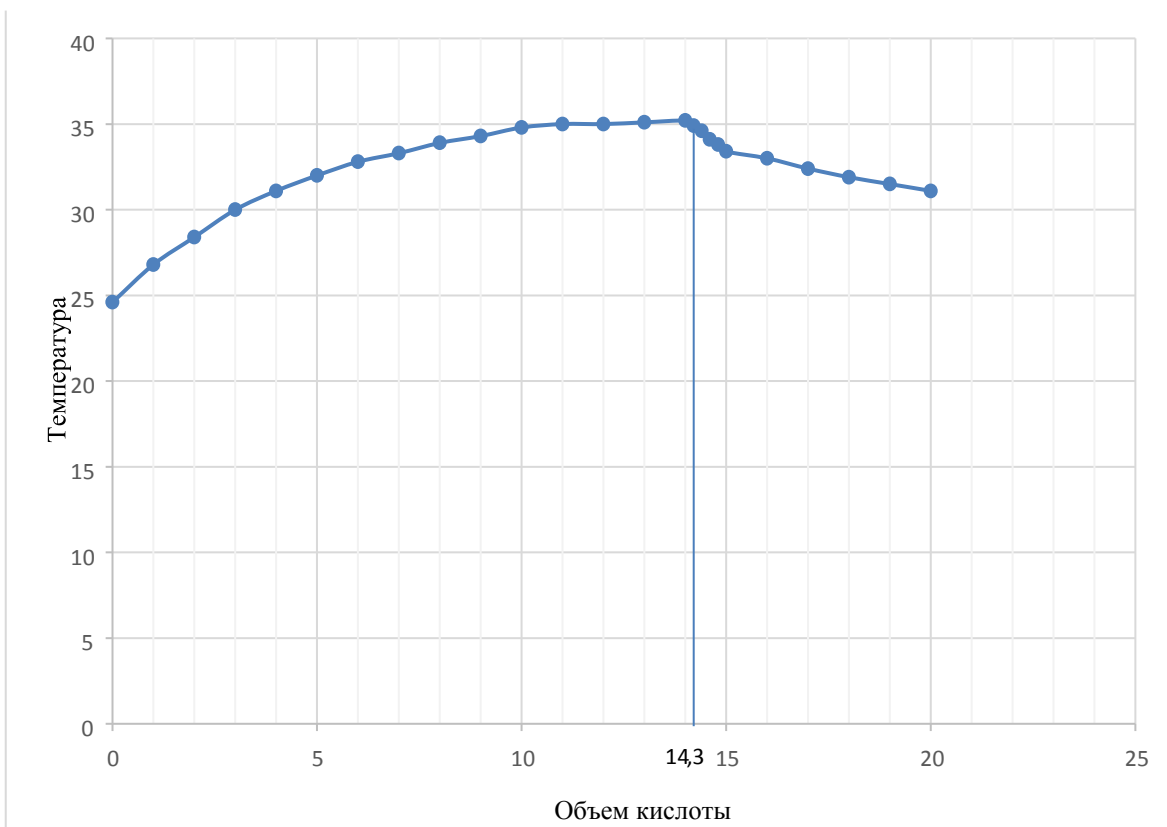
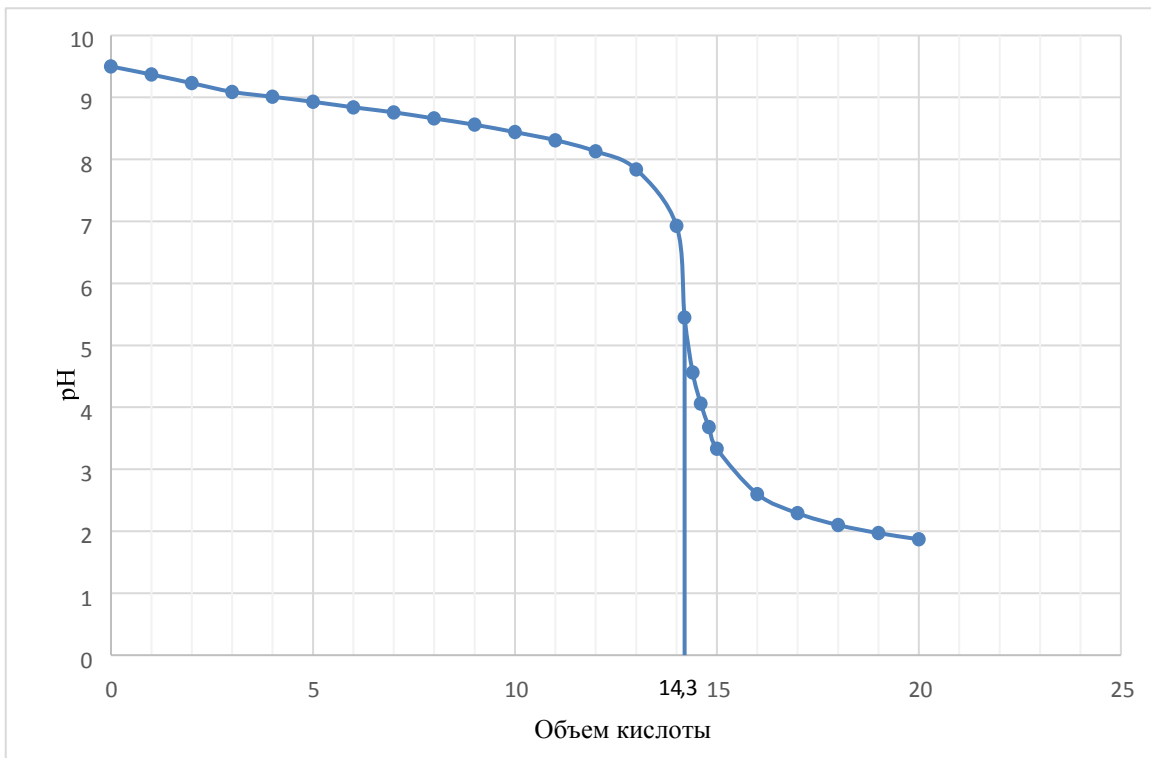
$\rho=1,03$ Г/СМ³

$m_{\text{в-ва}}=30-40$ Г

$n_{\text{в-ва}}=0,25-3,4$ МОЛЬ/Л

$V=10$ МЛ (МДЭА)

Объем кислоты	pH	Температура
0	9,5	24,6
1	9,37	26,8
2	9,23	28,4
3	9,09	30
4	9,01	31,1
5	8,93	32
6	8,84	32,8
7	8,76	33,3
8	8,66	33,9
9	8,56	34,3
10	8,44	34,8
11	8,31	35
12	8,13	35
13	7,84	35,1
14	6,93	35,2
14,2	5,45	34,9
14,4	4,56	34,6
14,6	4,06	34,1
14,8	3,68	33,8
15	3,33	33,4
16	2,60	33
17	2,29	32,4
18	2,10	31,9
19	1,97	31,5
20	1,87	31,1



Из графиков найден эквивалентный объем: $V_3 = 14,3$ мл

Расчет концентрации МДЭА в растворе:

$$C_{\text{амин}} = V_3 \cdot C_{\text{к-ты}} / V_{\text{амин}} = 14,3 \cdot 1,548 / 10 = 2,214 \text{ Н}$$

Расчет процентного содержания МДЭА в растворе:

$$m_{\text{аминa}} = V * C * M = 0,1 * 2,214 * 119 = 26,35 \text{ г}$$

$$m_{\text{р-ра}} = V * \rho = 103 \text{ г}$$

$$\omega = (m_{\text{аминa}} / m_{\text{р-ра}}) * 100\% = (26,35/103) * 100\% = 25,6\%$$

Ответ: ω (МДЭА) = 25,6 %_{масс.}

Вывод: рН-метрическое и термометрическое титрования являются эффективными физико-химическими методами определения активности ионов водорода в растворе, что позволяет определять концентрации рабочих растворов.