

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
Кемеровский государственный университет
Химический факультет
Кафедра аналитической и неорганической химии

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
по выполнению курсовой работы по аналитической химии
(для студентов 2-го курса химического факультета)

Кемерово 2016

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|----|
| I. Общие положения | 3 |
| II. Планирование и организация выполнения курсовой работы по аналитической химии..... | 4 |
| III. Оформление курсовой работы | 6 |
| IV. Оценка качества выполнения курсовой работы по аналитической химии. | 8 |
| Приложение 1 | 10 |
| Приложение 2 | 11 |

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1. Курсовая работа по аналитической химии – это одна из обязательных форм учебной работы студентов 2 курса химического факультета, предусмотренная учебными планами подготовки бакалавров по направлению 04.03.01 «Химия» и специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия».

2. Курсовая работа по аналитической химии направлена на развитие у студентов навыков самостоятельной работы по химическому анализу, на получение представлений об элементах научной работы, на развитие познавательной активности студентов.

3. Курсовая работа по аналитической химии обеспечивает закрепление, практическое освоение и углубление знаний по аналитической химии, формирование умений и навыков химика – аналитика, дает возможность студенту развивать и использовать приемы логического мышления.

II. ПЛАНИРОВАНИЕ И ОРГАНИЗАЦИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ КУРСОВОЙ РАБОТЫ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

1. Содержание курсовых работ должно соответствовать утвержденной рабочей программе по дисциплине «Аналитическая химия» и определяется кафедрой аналитической химии.

2. К выполнению курсовой работы допускаются студенты, выполнившие лабораторный практикум в соответствии с календарным планом, не имеющие задолженностей в сдаче теоретической части дисциплины «Аналитическая химия» и получившие допуск у преподавателя, ведущего занятия.

3. Задания на курсовую работу носят индивидуальный характер и выдаются персонально каждому студенту заведующим кафедрой с учетом уровня подготовленности студентов.

4. Курсовая работа по аналитической химии выполняется в два этапа, каждый из которых является завершающим в изучении основных разделов аналитической химии (качественного и количественного химического анализа).

4.1. Первая экспериментальная часть курсовой работы выполняется в течение двух занятий 3-го семестра согласно календарному плану после прослушивания студентами лекций и выполнения лабораторного практикума по качественному анализу. Результат выполнения этого этапа оценивается согласно § IV п.1.

4.2. Вторая экспериментальная часть курсовой работы выполняется в течение двух занятий 4-го семестра согласно календарному плану после прослушивания студентами лекций и выполнения лабораторного практикума по количественному химическому анализу. Результат выполнения этого этапа оценивается согласно § IV п.3.

5. Студент, выполняющий курсовую работу по аналитической химии, вправе консультироваться у преподавателя, ведущего занятия.

6. Студент должен завершить работу в сроки, установленные календарным планом занятий по аналитической химии. В случае невыполнения курсовой работы в установленные сроки, студент не допускается к дальнейшему выполнению лабораторного практикума.

III. ОФОРМЛЕНИЕ КУРСОВОЙ РАБОТЫ

Отчет о выполнении курсовой работы по аналитической химии должен включать следующие разделы:

Титульный лист. *Форма титульного листа приведена в Приложении 1.*

Оглавление. *Перечень разделов с указанием страниц.*

1. Литературный обзор.

1.1. Способы подготовки пробы к анализу. Анализ смеси сухих солей.

1.2. Качественный анализ катионов и анионов. Схемы анализа смеси катионов и анионов.

1.3. Методы количественного анализа одного из компонентов (соответствующего заданию) исследуемой смеси.

2. Экспериментальная часть. *Предварительные испытания, дробный и систематический анализы. Уравнения реакций в качественном и в количественном анализе. Пример оформления этого раздела приведен в Приложении 2.*

2.1. Подготовка исследуемой смеси к анализу. *Результаты предварительных испытаний, включая пробы на растворимость.*

2.2. Определение катионов, содержащихся в исследуемой смеси. *Приведение реакций разделения для найденных катионов и реакций их обнаружения, давших положительный результат (аналитический эффект).*

2.3. Определение анионов, содержащихся в исследуемой смеси. *Приведение реакций разделения и обнаружения, которые дали аналитический эффект.*

2.4. Подробное описание двух выбранных методик количественного анализа. *Обоснование выбора данной методики.*

2.5. Результаты количественного анализа.

2.6. Расчет результатов с оценкой границ доверительного интервала.
Применение методов математической статистики. Расчет границ доверительного интервала провести по закону суммирования погрешностей.

2.7. Сравнение дисперсий и средних.

3. Список литературы.

Выполнение курсовой работы допускается в рукописном варианте.

Страницы в отчете должны быть пронумерованы.

IV. ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ВЫПОЛНЕНИЯ КУРСОВОЙ РАБОТЫ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Состав показателей качества выполнения курсовой работы устанавливается данным положением.

Выполнение первого этапа курсовой работы оценивается в баллах по следующим показателям:

- реферативная часть – до 3-х баллов;
- правильность выполнения – до 6 баллов;
- оформление экспериментальной части – до 3-х баллов.

1. Правильность выполнения качественного анализа (определение качественного состава смеси) оценивает заведующий кафедрой аналитической химии. За каждый правильно определенный ион выставляется 1 балл. Студент вправе использовать две попытки проверки правильности выполнения качественного анализа. Результат этого этапа работы оценивается по истечении срока проверок, установленного календарным планом, либо досрочно при использовании студентом одной или двух попыток проверки.

Если курсовая работа не могла быть выполнена студентом по каким-либо объективным причинам, сроки выполнения работы продлеваются по письменному разрешению декана факультета.

«Зачтено» ставится, если работа выполнена не менее, чем на 75%. Студент, первый этап курсовой работы которого не может быть зачтен, не получает зачета по дисциплине «Аналитическая химия».

2. Преподаватель, ведущий занятия, оценивает оформление первой части курсовой работы по § III п.3.1, 3.2, 4.3, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7.

3. Выполнение второго этапа курсовой работы (количественный анализ) оценивает преподаватель, ведущий занятия по аналитической химии. При этом принимается во внимание сложность варианта курсовой работы, обоснованность выбора методики анализа, ошибка количественного

определения, качество отчета по выполнению обоих этапов курсовой работы и результат защиты.

Отчет по выполнению курсовой работы должен содержать все разделы, указанные в § III данного положения.

4. Выполненная и оформленная курсовая работа представляется к защите. Защита курсовой работы производится на одном-двух практических занятиях. Студент докладывает о своей работе в течение 5-7 минут. Доклад должен содержать следующие пункты:

- катионный и анионный состав исследуемой смеси солей;
- объект количественного анализа;
- краткий обзор методик количественного определения катиона (аниона);
- обоснование выбора двух применяемых методик из общего числа обзриваемых;
- описание определения катионов (анионов) по первой методике, например титриметрической: указывается основная химическая реакция, метод, прием, способ титрования, расчет эквивалента определяемого катиона (аниона), способ фиксации точки эквивалентности, конечная формула расчета результата анализа, ошибка определения;
- краткое изложение электрохимической методики с указанием метода анализа, если титрование то: метод, прием, способ титрования, расчет эквивалента определяемого катиона (аниона), способ фиксации точки эквивалентности, ошибка определения;
- мешающее действие катионного и анионного окружения.

По общему итогу выполнения курсовой работы по аналитической химии ставится дифференцированный зачет с оценкой, которая складывается из показателей, приведенных в § IV п. 1 – 4.

Студенты, не получившие зачет, до экзамена по аналитической химии не допускаются.

ОБРАЗЕЦ ТИТУЛЬНОГО ЛИСТА КУРСОВОЙ РАБОТЫ

Кемеровский государственный университет
Химический факультет
Кафедра аналитической и неорганической химии

Работа защищена
с оценкой _____
Зав. кафедрой АНХ,
_____ Ф.И.О.
«__» _____ 201_г.

АНАЛИЗ СМЕСИ СОЛЕЙ №...
КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ.....
Курсовая работа по аналитической химии

Преподаватель:
Ф.И.О. _____
«__» _____ 201_г.
Студент:
Ф.И.О. _____
«__» _____ 201_г.

Кемерово 201_г.

ОБРАЗЕЦ ОФОРМЛЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ ЧАСТИ**II. Экспериментальная часть**
Качественный анализ

В анализируемой смеси солей находится три аниона и три катиона. В задаче не может быть катионов Sr^{2+} , $[\text{Hg}_2]^+$, As^{3+} , As^{5+} , Sb^{5+} , Na^+ .

Рассматриваем пробу сухого вещества: соль содержит кристаллы голубого, зелёного, желтого и белого цвета. Через 7 дней соль поменяла цвет, она стала светлее. Предполагается, что кристаллы синего цвета указывают на возможное присутствие солей меди, зелёные – никеля и меди, желтые – железа (III). Белые кристаллы свидетельствуют об отсутствии солей окрашенных катионов.

Растворение в воде. В воде растворяются большинство нитратов, галогенидов, сульфатов и ацетатов. Только в водной вытяжке находятся катионы K^+ , NH_4^+ и анионы NO_2^- и NO_3^- . Некоторые соли, растворяясь в воде, гидролизуются с образованием осадков гидроксидов или основных солей, растворимых в кислотах.

Исследуемую смесь растворили в воде (H_2O) при комнатной температуре и нагрели. Частично выпал белый осадок, следовательно, в смеси присутствуют труднорастворимые соли.

Растворение в HNO_3 . Полученный раствор используют для обнаружения катионов. Если при этом остаётся белый остаток, то, вероятнее всего, в нём содержатся нерастворимые сульфаты (BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4) и/или AgCl , AgBr , AgI .

Исследуемую смесь растворили в 6N HNO_3 при нагревании. Исследуемый раствор растворился полностью. Можно сказать, что 1 и 2 группы катионов в растворе отсутствуют.

Анализ смеси катионов***Дробный анализ катионов.***

Анализ смеси катионов 1-6 групп начинают с предварительных испытаний на катионы: NH_4^+ , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} .

Проводим пробы на присутствие катионов:

NH_4^+ с реактивом Несслера; Ni^{2+} с реактивом Чугаева; Bi^{3+} реакцией восстановления до металлического висмута солями олова(II); Mn^{2+} с висмутатом натрия; ни одна из проб не дает нужного аналитического эффекта, что свидетельствует об отсутствии данных катионов в задаче.

Систематический анализ катионов.

Отделение катионов 1 группы. При добавлении к задаче раствор HCl , осадок не образовался; это свидетельствует об отсутствии катионов первой группы.

Отделение катионов 2 группы. При добавлении к задаче 2Н раствора H_2SO_4 осадок не образовался; это свидетельствует об отсутствии катионов второй группы.

Отделение 3 аналитической группы от катионов 4 – 5 групп.

К раствору, содержащему смесь катионов 3-5 групп, прибавляют... и т.д.

Количественный анализ

Выполнение экспериментов:

Метод добавок. Сначала снимают вольтамперограмму анализируемого раствора, затем в этот же электролизёр добавляют стандартный раствор определяемого иона с точно известной концентрацией с таким расчетом, чтобы пик вырос примерно вдвое. Снимают вольтамперограмму в тех же условиях и делают расчет по формулам:

$$\frac{C_x}{C_{\text{э}}} = \frac{h_x}{h_{\text{ст}}}$$

$$h_{\text{ст}} = h_{\text{общ}} - h_x$$

где $h_{\text{общ}}$ – суммарная высота пика определяемого вещества в анализируемом и добавляемом растворах, $C_{\text{э}}$ – концентрация стандартного раствора добавляемого иона, возникающая в электролизёре.

Концентрацию определяемого иона, введенного в электролизёр в виде стандартного раствора, вычисляют по формуле:

$$C_x = \frac{C_{\text{ст}} \times V_{\text{ст}}}{V_{\text{ст}} + V_x}$$

где $V_{\text{ст}}$ – объём стандартного раствора, добавленного в электролизёр, V_x – объём анализируемого раствора в электролизёре, $C_{\text{ст}}$ – первоначальная концентрация стандартного раствора.

Суммарная формула для расчета неизвестной концентрации имеет вид:

$$C_x = \frac{C_{\text{ст}} \times V_{\text{ст}}}{V_{\text{ст}} + V_x} \times \frac{h_x}{h_{\text{общ}} - h_x}$$

Преимущество метода добавок перед методом стандарта и методом калибровочных кривых в том, что он позволяет наиболее полно учесть влияние примесей при анализе реальных объектов.

Ход определения и расчет результатов:

Была дана задача в мерной колбе на 100 мл. Из колбы взяли 5 мл пробы, разбавили аликвоту в 10 раз в мерной колбе на 50 мл. Из разбавленного раствора берём аликвоту 0,05 мл и добавляем в ячейку.

Концентрация стандартного раствора меди: $C(\text{CuSO}_4) = 9,548 \times 10^{-4}$.

Снимаем вольтамперограмму:

Измеряем высоты пиков: $h_1 = 6,1 \text{ см}$; $h_2 = 6,2 \text{ см}$; $h_{\text{ср}} = 6,15 \text{ см}$.

Переводим высоту пиков в мкА: $10 \text{ см} - 5 \text{ мкА}$

$6,15 \text{ см} - 3,075 \text{ мкА}$

Определяем по графику (построенному при определении концентрации стандартного раствора меди) объем добавки стандартного раствора сульфата меди: $V = 0,06 \text{ мл}$.

В ячейку было добавлено... и т.д.