

Министерство образования и науки РФ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
АМУРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
(ФГБОУ ВО «АмГУ»)

**ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТ ПО ПРОФЕССИИ «ЛАБО-
РАНТ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА»**

сборник учебно-методических материалов по специальности

18.02.12 – Технология аналитического контроля химических соединений

Благовещенск 2024

*Печатается по решению
редакционно-издательского совета
факультета СПО
Амурского государственного
университета*

Составитель: А.С. Сиротенко

Выполнение работ по профессии «Лаборант химического анализа» :
сб. учеб. – метод. материалов по специальности 18.02.12 – Технология анали-
тического контроля химических соединений / Амур. гос. ун-т, Фак. сред.
проф. образования ; сост. А. С. Сиротенко. – Благовещенск : АмГУ, 2024. –
32 с.

Рассмотрен на заседании ЦМК технологических дисциплин 13.02.2024 г.,
протокол № 6

© Амурский государственный университет, 2024

© ЦМК технологических дисциплин, 2024

© А.С. Сиротенко, составление

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Краткое содержание теоретического материала	5
Методические рекомендации к лабораторным и практическим занятиям	26
Методические указания для самостоятельной работы	30
Методические рекомендации к текущему контролю	31
Методические рекомендации к проведению занятий с использованием активных форм обучения	32

ВВЕДЕНИЕ

Цель дисциплины: программа является частью образовательной программы в соответствии с ФГОС по специальности СПО 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений.

Рабочая программа может быть использована в дополнительном профессиональном образовании (в программах повышения квалификации и переподготовки) и профессиональной подготовке по профессиям.

Задачами дисциплины являются:

- формирование основы экспериментального исследования и многих практических навыков;
- формирование навыков исследовательской работы;
- решение практических вопросов разного уровня сложности в процессе профессиональной деятельности;
- формирование навыков работы с лабораторной посудой, реактивами и оборудованием, методами химического исследования веществ, методиками проведения химического эксперимента;
- приобретение опыта обработки полученных данных, анализа результатов и построения выводов на их основе.

В процессе освоения дисциплины студент формирует и демонстрирует следующие профессиональные компетенции:

- выбирать оптимальные методы анализа (ПК-1.2);
- подготавливать реагенты, материалы и растворы, необходимые для анализа (ПК-1.3);
- обслуживать и эксплуатировать лабораторное оборудование, испытательное оборудование и средства измерения химико-аналитических лабораторий (ПК-2.1);
- проводить качественный и количественный анализ неорганических и органических веществ химическими и физико-химическими методами (ПК-2.2);
- проводить метрологическую обработку результатов анализов (ПК-2.3);
- оценивать соответствие методики задачам анализа по диапазону измеряемых значений и точности (ПК-1.1);
- работать с химическими веществами и оборудованием с соблюдением отраслевых норм и экологической безопасности (ПК-1.4).

В результате освоения дисциплины обучающийся должен демонстрировать следующие результаты образования:

1) Знать: классификацию, назначение и правила обращения с химической посудой; требования, предъявляемые к реактивам; правила подготовки к работе основного и вспомогательного оборудования; технику отбора проб и проведения анализа; способы выражения концентрации растворов; способы и технику приготовления растворов; способы и технику определения концентрации растворов; правила эксплуатации приборов и оборудования; контроль качества анализов, показатели качества продукции; методы обработки результатов анализа.

2) Уметь: организовывать рабочее место; производить подготовку химической посуды, реактивов, оборудования; производить отбор анализируемых проб и проводить их подготовку к анализам; готовить растворы различных концентраций; определять концентрации растворов; снимать показания приборов; выполнять основные аналитические операции; выполнять анализы в соответствии с нормативной документацией.

3) Владеть: теоретическими знаниями в области аналитической химии; основополагающими принципами методов исследования, способами выражения состава растворов, основами метрологии.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА

Раздел 1. Требования охраны труда и техники безопасности	Содержание лекции	
	1.	Требования охраны труда и техники безопасности.
	2.	Специфичные требования охраны труда, техники безопасности и окружающей среды.
	3.	Инструкция по охране труда для обучающихся.
	4.	Общие требования охраны труда.
	5.	Требования охраны труда перед началом и во время работы.
	6.	Требования охраны труда в аварийных ситуациях.
	7.	Требования охраны труда по окончании работ.
	8.	Изучение нормативно-правовых актов, регулирующих требования охраны труда и техники безопасности.
Раздел 2. Основные понятия количественного химического анализа	Содержание лекции	
	1.	Характеристика химического анализа.
	2.	Классификация методов анализа. Требования к методам, реакциям, реагентам.
	3.	Аналитический сигнал.
	4.	Организация рабочего места, лабораторных условий, средств измерений для проведения анализа.
	5.	Свойства реактивов.
	6.	Требования, предъявляемые к реактивам.
	7.	Правила обращения с реактивами и правила их хранения.
	8.	Правила подготовки и сборки лабораторных установок.
Раздел 3. Приготовление растворов	Содержание лекции	
	1.	Понятие аналитической пробы.
	2.	Виды проб.
	3.	Требования к проведению пробоотбора и пробоподготовки.
	4.	Операции пробоотбора и пробоподготовки.
	5.	Назначение, виды, способы и техника выполнения пробоотбора.
	6.	Расчёт навесок для приготовления растворов заданной концентрации.
	7.	Работа с химической посудой.
Раздел 4. Титриметрический метод анализа	Содержание лекции	
	1.	Теоретические основы титриметрического (объёмного) анализа.
	2.	Классификация методов.
	3.	Общие понятия. Титрант, рабочий раствор, стандартизация.
	4.	Точка эквивалентности и методы ее фиксирования.
	5.	Приемы титрования. Титрование. Виды титрования.
	6.	Виды бюреток. Техника работы с бюреткой. Микробюретка. Градуированная пипетка. Пипетка Мора. Определение цены деления.
Раздел 5.		

Потенциометрический метод анализа	Содержание лекции	
	1.	Потенциометрические методы анализа.
	2.	Ионометрия.
	3.	Электроды второго рода. Электроды первого рода.
	4.	Приборы и техника измерений.
	5.	Подготовка приборов и электродов к работе.
	6.	Прямая потенциометрия.
	7.	Измерение окислительно-восстановительного потенциала. Измерение рН.
	8.	Стеклянный электрод. Метод градуировочного графика.
Раздел 6. Кондуктометрический метод анализа	Содержание лекции	
	1.	Теоретические основы метода.
	2.	Электрическая проводимость растворов. Удельная электрическая проводимость. Эквивалентная электрическая проводимость.
	3.	Схема установки для определения электрической проводимости.
	4.	Ячейки для кондуктометрического титрования.
	5.	Прямая кондуктометрия.
	6.	Кондуктометрическое определение физико-химических свойств и характеристик веществ.
	7.	Кондуктометрическое титрование.
	8.	Метрологические характеристики метода.
Раздел 7. Фотометрический анализ	Содержание лекции	
	1.	Теория фотометрического метода.
	2.	Основной закон фотометрии.
	3.	Методы фотометрического анализа.
	4.	Основные приёмы фотометрических измерений.
	5.	Оборудование.
	6.	Работа с кюветами, выбор длины волны, выбор кюветы.

Требования охраны труда и техники безопасности

1 Общие требования охраны труда.

Обучающиеся обязаны знать и выполнять требования охраны труда. Виновные в нарушении требований безопасности по охране труда привлекаются к административной ответственности, если допущенные нарушения не влекут за собой более строгого наказания. Нарушение правил охраны труда и правил пожарной безопасности влечет за собой временное или полное отстранение от работы. Запрещается находиться в лаборатории посторонним лицам.

1.1 К выполнению лабораторных работ допускаются обучающиеся:

- прошедшие инструктаж по охране труда;
- имеющие необходимые навыки работы с реактивами, химической посудой, оборудованием;
- не имеющие противопоказаний к выполнению работ по состоянию здоровья.

1.2 Во время нахождения в лаборатории и в процессе выполнения лабораторных работ обучающиеся обязаны:

- строго соблюдать инструкции по охране труда и технике безопасности;
- соблюдать личную гигиену;
- выполнять только те работы, которые поручены;

- использовать оборудование, приборы и расходные материалы только по прямому назначению;
- содержать свое рабочее место в чистоте и порядке;
- принимать пищу в строго отведенных местах;
- использовать средства индивидуальной защиты (СИЗ): халат, защитные очки, шапочка, химически стойкие резиновые перчатки.

1.3 Обучающиеся для выполнения заданий самостоятельно используют инструменты, оборудование: химическая посуда мерная, химическая посуда общего назначения, химическая посуда специального назначения, термометр, штатив, весы аналитические, весы технические, электрические нагревательные приборы, рефрактометр, спектрофотометр, рН-метр, магнитная мешалка.

1.4 При выполнении лабораторных работ на обучающихся могут воздействовать вредные и (или) опасные факторы.

Физические: режущие и колющие предметы, недостаточная освещенность рабочей зоны, горячие поверхности, электрическое напряжение, повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны, повышенный уровень шума на рабочем месте.

Химические: агрессивные и токсические вещества, способные вызвать отравления и ожоги.

Психологические: чрезмерное напряжение внимания, усиленная нагрузка на зрение, постоянное использование СИЗ (очки, перчатки).

1.5 Для маркировки химических реактивов при наличии огнеопасных, ядовитых и взрывоопасных свойств используются обозначения в соответствии с ГОСТ 12.4.026-2015 «Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная». При этом на таре должна быть дополнительная (ниже основной) этикетка с надписью: «Огнеопасно» (красная), «Яд» (желтая), «Взрывоопасно» (голубая), «Бережь от воды» (зеленая).

Также для привлечения внимания используют следующие знаки:



1.6 При несчастном случае пострадавший или очевидец несчастного случая обязан немедленно сообщить о случившемся преподавателю. В лаборатории должна находиться аптечка первой помощи, укомплектованная изделиями медицинского назначения.

1.7 Ознакомление с правилами ОТ и ТБ регистрируется в журнале.

2 Требования безопасности перед началом работы.

Убедиться в исправности оборудования, приспособлений и инструментов, ограждений, сигнализации, блокировочных устройств и освещения, наличии на рабочем месте необходимых материалов, приборов в соответствии с рабочей инструкцией по данному рабочему месту или данному виду работ;

Надеть спецодежду, привести в готовность средства защиты;

Включить вентиляцию при проведении работ.

2.1 Надеть необходимые средства защиты, волосы должны быть убраны под головной убор, манжеты застегнуты.

2.2 Подготовить рабочее место:

- проверить исправность приборов на рабочем месте и наличие четких надписей на бутылках и склянках с реактивами;

- проверить наличие и целостность стеклянной посуды, бюреток, пипеток, исправность электроприборов и их заземление, состояние титровальных столов, достаточность реактивов и реагентов;

- проверить освещение рабочего места;
- включить вытяжную вентиляцию.

2.3 Изучить содержание и порядок проведения работы, а также безопасные приемы ее выполнения.

2.4 Изучить инструкции работы на приборах.

2.5 Запрещается приступать к выполнению работы при обнаружении неисправности инструмента или оборудования. О замеченных недостатках и неисправностях немедленно сообщить преподавателю и до устранения неполадок к выполнению работы не приступать.

3 Требования охраны труда во время работы.

3.1 При выполнении лабораторных работ необходимо:

- находиться на своих рабочих местах, все перемещения, не связанные с выполнением работ, запрещены;

- быть внимательным, не отвлекаться посторонними разговорами и делами, не отвлекать других обучающихся;

- соблюдать правила эксплуатации оборудования, механизмов и инструментов, не подвергать их механическим ударам, не допускать падений;

- поддерживать порядок и чистоту на рабочем месте;

- рабочий инструмент располагать таким образом, чтобы исключалась возможность его скатывания и падения;

- выполнять работу только исправным инструментом;

- работать с вредными, агрессивными и токсичными веществами только в вытяжном шкафу;

- слив отработанных реактивов производить в строго отведенное место;

- хранить жидкости только в исправной таре;

- пролитая жидкость должна быть немедленно убрана.

3.2 При работе с изделиями из стекла необходимо:

- использовать целую посуду, без трещин и загрязнений;

- для нагревания использовать термостойкую посуду;

- исключить применение физической силы при работе со стеклянными деталями;

- при переносе сосудов с горячей жидкостью пользоваться салфеткой или тканевыми перчатками;

- при мытье посуды щетками (ершами) следует направлять дно сосуда только от себя или вниз;

- осколки разбитой посуды убирать только с помощью щетки и совка, но ни в коем случае не руками;

3.3 При работе с нагревательными электроприборами необходимо:

- проверить плиту, розетку, шнур, вилку на наличие повреждений; не использовать поврежденное оборудование;

- использовать средства индивидуальной защиты от разбрызгивания и испарения жидкостей, выбросов, испарения токсичных или взрывоопасных газов;

- не прикасаться к нагревательной поверхности;

- не нагревать легковоспламеняющиеся и взрывоопасные вещества.

3.4 При работе с аналитическим оборудованием:

- проводить работы в соответствии с инструкцией к прибору;

- проводить работы только на исправном оборудовании, в случае обнаружения неисправностей сообщить преподавателю;

- использовать оборудование по назначению;

- содержать оборудование в чистоте.

3.5 Правила работы с кислотами и щелочами, аммиаком и их концентрированными растворами.

Концентрированные кислоты: серная, соляная, азотная, уксусная, концентрированный раствор аммиака, растворимые щелочи и их концентрированные растворы относятся к группе сильнодействующих веществ.

- при работе с этими веществами обязательно пользоваться очками и резиновыми перчатками;

- хранить концентрированные кислоты в небольших количествах в толстостенных сосудах объемом до 2 литров, с указанием на этикетке названия кислоты и ее концентрации;

- работать с кислотами и щелочами только на столах со специальным покрытием;

- растворы кислот и щелочей нельзя выливать в раковины;

- при разбавлении концентрированной кислоты следует вливать кислоту в воду порциями и слегка перемешивать;

- с концентрированными растворами аммиака работать следует только в вытяжном шкафу;

- при работе с гидроксидом натрия брать вещество только с помощью шпателя, разводить при перемешивании, беречь глаза и руки;

- при попадании гидроксида натрия на кожу рук, промыть водой и нейтрализовать 2 % раствором борной или уксусной кислоты;

- при попадании на руки кислоты, промыть большим количеством воды и обработать 2 % раствором соды.

4 Требования охраны труда по окончании работы.

По окончании работ необходимо:

- привести в безопасное состояние оборудование, приспособления, инструмент таким образом, чтобы не могло возникнуть движения их частей, и они не оставались в горячем состоянии;

- убрать рабочее место, приборы, приспособления, инструмент;

- отходы и мусор убрать в специально отведенное место;

- необходимо вымыть руки с мылом.

5. Требования охраны труда в аварийных ситуациях

5.1 При обнаружении неисправности в работе электрических устройств, находящихся под напряжением (повышенном их нагреве, появления искрения, запаха гари, задымления и т.д.), следует немедленно сообщить о случившемся преподавателю. Выполнение работы продолжить только после устранения возникшей неисправности.

5.2 В случае возникновения у обучающегося плохого самочувствия или получения травмы сообщить об этом преподавателю.

5.3 При поражении электрическим током немедленно отключить электросеть, оказать первую помощь (самопомощь) пострадавшему, сообщить преподавателю, при необходимости обратиться к врачу.

5.4 При несчастном случае или внезапном заболевании необходимо в первую очередь отключить питание электрооборудования, сообщить о случившемся преподавателю, принять мероприятия по оказанию первой помощи пострадавшим, вызвать скорую медицинскую помощь, при необходимости отправить пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение.

5.5 При возникновении пожара необходимо немедленно оповестить преподавателя.

При последующем развитии событий следует руководствоваться указаниями преподавателя. Приложить усилия для исключения состояния страха и паники.

При обнаружении очага возгорания в лаборатории необходимо любым возможным способом постараться загасить пламя в начальный момент с обязательным соблюдением мер личной безопасности.

При возгорании одежды попытаться сбросить ее. Если это сделать не удастся,

упасть на пол и, перекатываясь, сбить пламя; необходимо накрыть горящую одежду куском плотной ткани, облиться водой, запрещается бежать – бег только усилит интенсивность горения.

В загоревшемся помещении не следует дожидаться, пока приблизится пламя. Основная опасность пожара для человека – дым. При наступлении признаков удушья лечь на пол и как можно быстрее ползти в сторону эвакуационного выхода.

5.6 При обнаружении взрывоопасного или подозрительного предмета не подходите близко к нему, предупредите о возможной опасности преподавателя или обслуживающий персонал.

При происшествии взрыва необходимо действовать по указанию преподавателя, при передвижении соблюдайте осторожность, не трогайте поврежденные конструкции, оголившиеся электрические провода. В разрушенном или поврежденном помещении не следует пользоваться открытым огнем (спичками, зажигалками и т.п.).

Основные понятия количественного химического анализа

Правильная организация рабочего места залог продуктивной работы лаборанта, от которой зависят точность и надежность выполняемых анализов. Комфорт и безопасность рабочего места определяются продуманностью в его оснащении приборами и оборудованием.

Чистота химических реагентов – залог правильного анализа. Нельзя менять пробки / пипетки у склянок с реактивами или выливать / высыпать неиспользованные вещества в общую посуду, в которой они хранились. Для каждого реагента должна быть отдельная пипетка или шпатель.

Требования к лабораторному столу:

- хорошее освещение;
- правильный подбор высоты;
- соблюдение чистоты.

Требования к реагентам и посуде

- нельзя выливать неиспользованные вещества в общую посуду, в которой они хранились;

- у каждого реагента должна быть отдельная пипетка или шпатель;
- следует расставлять посуду в порядке ее значимости, чтобы не тянуться за ней;
- для хранения шпателей и стеклянных палочек нужно использовать гармошку.

В количественном анализе следует применять возможно более чистые реактивы. В зависимости от количества примесей отечественные реактивы делят на химически чистые (х ч.) - содержат не более 0,05 % примесей, чистые для анализа (ч. д. а.) - не более 0,1 % примесей, чистые (ч.) - 1,0-0,1 %, очищенные (оч.) и «технические» (техн.). В последние десятилетия распространены реактивы особой чистоты (ос. ч.) и высшей очистки (в. оч.). Допустимое содержание примесей устанавливается ГОСТом и указывается на этикетке.

Зарубежные реактивы имеют несколько другую маркировку: наилучшими из них являются чистые для анализа (р. а. - pure for analyse), на втором месте - химически чистые (с. р. - chemically pure).

Не следует использовать неизвестные или сомнительные реактивы.

При работе следует применять реактив именно той марки, которая указана в прописи. Реактивы марки «ч.д.а.» можно применять для аналитических работ большой точности, реактивы марки «х.ч.» рекомендуются для ответственных научных исследований в лабораториях в качестве установочных веществ. Одну и ту же серию определений, включая и градуировку, необходимо выполнять с реактивом одной и той же партии (номер партии указан на этикетке).

Правила работы с реактивами.

Твердые реактивы:

1. Реактив берут из банки фарфоровым или стеклянным шпателем. Металлический шпатель применять не рекомендуется.

2. Просыпавшийся на стол реактив нельзя высыпать обратно в ту же банку во избежание загрязнений.

3. Взвешивать реактивы можно только в сухом стаканчике или на часовом стекле.

4. Отобранную порцию реактива следует пересыпать в чистый и высушенный стакан или бюкс с крышечкой; хранить сухие вещества в бумаге ни в коем случае нельзя.

Жидкие реактивы:

1. Растворы хранят в склянках, снабженных пробкой (лучше стеклянной) и четкой этикеткой с указанием названия реактива, его формулы, марки, концентрации и даты приготовления; применение корковых и резиновых пробок нежелательно. В крайнем случае, резиновые пробки перед употреблением надо прокипятить в воде.

2. Растворы веществ, разлагающихся на свету, нужно хранить в темных или желтых склянках.

3. Растворы аммиака и едких щелочей не рекомендуется хранить в стеклянной посуде, т. к. они при этом загрязняются веществами, перешедшими в раствор из стекла, - соединениями натрия, кальция, кремниевой кислотой и др. Лучше хранить аммиак и щелочи в посуде из полиэтилена.

4. Нельзя класть пробки, закрывающие растворы, прямо на стол; отлитый из склянки реактив нельзя возвращать обратно в склянку и т. д.

5. Все растворы следует готовить на дистиллированной воде, при определении микропримесей и при работе с особо чистыми веществами пользоваться только дважды перегнанной водой - бидистиллятом.

Взвешивание – одна из наиболее частых операций, выполняемых в лаборатории. Весы являются основным прибором в химическом анализе. Приступая к определению качественного или количественного состава образца, сначала берут его навеску. К взвешиванию прибегают при приготовлении растворов, при нахождении массы осадка и т. д.

Классификация весов:

1. Технические позволяют проводить взвешивание с погрешностью до $\pm 0,01$ г с предельной нагрузкой до десятка килограммов и до 1 кг технохимические.

2. Аналитические обладают погрешностью $\pm 0,0001$ г и предельной нагрузкой от 20 до 200 г.

Установка весов.

При установке весов важно придерживаться следующих рекомендаций.

Весовой стол:

- должен быть устойчивым;
- не должен прогибаться и шататься при работе;
- должен в минимальной степени передавать вибрации;
- должен быть защищенным от электростатических зарядов;
- должен быть закреплен на полу или прикреплен к стене.

2. Температура помещения:

- должна поддерживаться на постоянном уровне
- нельзя проводить взвешивания при открытых окнах или включенных кондиционерах.

3. Атмосферная влажность:

- относительная влажность воздуха должна находиться в пределах от 45 % до 60 %;
- не следует проводить взвешивание, если относительная влажность выходит за пределы диапазона от 20 % до 80%.

4. Освещение:

- размещать весы следует у стены без окна;
- не следует размещать весы вблизи осветительных приборов во избежание воздействия теплового излучения.

5. Воздух:

- не устанавливать весы на пути прохождения воздушных потоков кондиционеров

воздуха;

- не устанавливать весы рядом с дверью;
- избегать мест, где часто ходят сотрудники.

Правила пользования посудой для взвешивания:

- подбирать сосуды минимальных размеров.
- избегать использования весовых емкостей из пластика, если атмосферная влажность падает ниже уровня 30 % – 40 %.

- температура весовой емкости и взвешиваемого образца должна совпадать с температурой окружающей среды.

Правила при работе с прибором:

1. Установка по уровню:

- периодически проверять уровень весов;
- пузырек должен располагаться в центре индикатора уровня;
- для выравнивания весов использовать регулируемые опоры.

2. Регулярно проводить калибровку:

- при первом использовании весов;
- при установке весов в новом месте;
- после настройки уровня весов;
- после значительных изменений параметров окружающей среды.

Приготовление растворов

Любое вещество состоит из одного или нескольких химических элементов. Установление качественного и количественного состава вещества является задачей химического анализа, который, в зависимости от поставленных целей и используемых методов, делится на качественный и количественный анализ.

Анализ веществ проводят с помощью химических, физических и физико-химических методов. При обнаружении какого-либо компонента фиксируют появление аналитического сигнала – образование осадка, изменение окраски, появление линии в спектре и т.д.

В химических методах обнаружения аналитический сигнал наблюдают, главным образом, визуально. Используемые химические реакции, сопровождающиеся внешним эффектом, называют аналитическими реакциями. Химические реакции проводятся двумя способами: «мокрым путем» – в растворе, и «сухим путем» – с твердыми веществами без использования растворителей.

При анализе физическими методами свойства вещества изучают с помощью приборов. К физическим методам относят спектральный, люминесцентный, рентгеноструктурный анализ. С помощью физико-химических методов изучают явления, происходящие при химических реакциях. В настоящее время в химическом анализе все большее значение приобретают методы компьютерного и математического моделирования.

Для анализа используется часть исследуемого материала, химический состав которого аналогичен составу всего вещества, называемую пробой. По размеру пробы, используемой для анализа, различают макро-, полумикро-, микро-, субмикро- и ультрамикроанализ (таблица 1).

Таблица 1 – Масштабы аналитического эксперимента

Вид анализа	Масса пробы, г	Объем раствора, мл
Макроанализ	$> 0,1$	$10 - 10^3$
Полумикроанализ	$0,01 - 0,1$	$10^{-1} - 10$
Микроанализ	$< 0,01$	$10^{-2} - 1$
Субмикроанализ	$10^{-4} - 10^{-3}$	$< 10^{-2}$
Ультрамикроанализ	$< 10^{-4}$	$< 10^{-3}$

Аналитическая проба – это отобранная для анализа часть объекта исследования. Она должна быть представительной, т. е. достаточно точно отражать хим. состав объекта. Задача обеспечения представительности не возникает лишь в том случае, если объект вполне однороден по хим. составу.

Этому условию практически могут удовлетворять лишь хорошо перемешанные газы или жидкости. Обычно объекты весьма разнообразны и сильно различаются по своей однородности. Это горные породы, рудные и нерудные полезные ископаемые, продукты и отходы металлургического и химического производств, почвы, природные воды, технологические растворы, воздух и другие газы, продукты питания, лекарственные препараты и др.

Для получения аналитической пробы осуществляют комплекс операций, предусмотренных методиками анализа.

Пробоотбор – начальная, наиболее трудоемкая, сложная и ответственная стадия, включающая отбор точечных (разовых, частичных, частных, единичных, первичных) проб из партии материала и их смешивание для получения объединенной (генеральной, начальной, общей, суммарной) пробы. С пробоотбором могут быть связаны наиболее серьезные погрешности опробования.

Пробоподготовка – заключительная часть опробования, в ходе которой объединенную пробу дробят до определенного максимального размера кусков (зерен), перемешивают для повышения однородности и подвергают сокращению (делению), отбрасывая определенную часть материала. За один или несколько циклов дробления, перемешивания и сокращения получают лабораторную пробу, предназначенную для проведения всех видов лабораторных испытаний, и контрольную пробу, которую хранят на случай проведения повторных или контрольных испытаний. Сокращением лабораторной пробы получают собственно пробу для анализа, достаточную для выполнения определений всех контролируемых компонентов.

Незначительная неточность, допущенная при отборе и подготовке пробы, может существенно исказить представления о химическом составе материала.

Способы отбора пробы и ее величина определяются как физическими, так и химическими свойствами анализируемого объекта. Соответственно при отборе проб надо учитывать: агрегатное состояние анализируемого объекта, неоднородность и размер частиц, с которых начинается неоднородность и требуемую точность оценки содержания компонента во всей массе анализируемого объекта.

Отбор пробы твердых веществ. При ручном пробоотборе используют совковые лопаты (для сыпучих веществ), трубчатые щупы (для мелкозернистых материалов). Все чаще используют полностью автоматизированные пробоотборные установки.

При пробоподготовке важно равномерно, без потерь и загрязнений измельчить, а затем сократить материал. Измельчение небольших количеств материала ведут в ступках. Большие количества хрупких материалов измельчают в дробилках, барабанных или мельницах. Сокращение измельченного материала осуществляют вручную, механическими или автоматическими прободелителями. При ручном сокращении материал насыпают в виде конуса на плоскую чистую поверхность, бросая каждую новую порцию на вершину конуса так, чтобы материал равномерно рассыпался по всей его поверхности. Надавливая плоской поверхностью на вершину конуса, получают плоскую лепешку. Эту лепешку делят прямыми линиями на четыре прямоугольных сектора, вершины которых соответствуют вершине первоначального конуса, и объединяют материал двух противолежащих секторов.

Отбор проб жидкостей. Пробы жидкостей отбирают пипеткой (стеклянной или автоматической) или специальными пробоотборными цилиндрами с герметически закрывающимися крышками. Эти цилиндры опускают на тросе на нужную глубину и автоматически закрывают обе их крышки. Если жидкость неоднородна (имеется осадок или муть), пробы отбирают на разных уровнях жидкости. Если необходимо отобранные пробы филь-

труют перед проведением анализа. Если проба берется из трубопроводов, то загнутые концы пробоотборочных трубок должны быть направлены навстречу потоку жидкости. Отбор анализируемой пробы должен быть не менее 5 мл. Существуют также правила, регламентирующие место и время отбора природных вод в реках, озерах и других водоемах.

Отбор проб газов. Пробы газов отбирают в стеклянные емкости с оттянутыми входной и выходной трубками. Эти емкости предварительно в течение определенного времени продувают изучаемым газом (чтобы очистить их от воздуха), а затем на газовой горелке запаивают трубки с обоих концов. Также пробу газа отбирают, измеряя его объем вакуумной мерной колбой или бюреткой с запорной жидкостью. При отборе газов из систем, находящихся под большим давлением, в месте отбора проб ставят редукционный вентиль, снижающий давление, и через него производят отбор проб газов.

Вещества, используемые для проведения аналитических реакций, называют аналитическими реагентами. Используемые реактивы должны правильно приготавливаться и храниться. По степени чистоты выделяют следующие категории реактивов: особой чистоты (осч); химически чистые (хч); чистые для анализа (чда); чистые (ч); технические (техн.). Чистота реактивов определяется ГОСТами и техническими условиями.

подавляющее большинство реакций, используемых в анализе, осуществляются в растворах. Поэтому правильность и достоверность результатов анализа зависит от правильности приготовления растворов.

Для количественного выражения состава раствора применяют следующие виды концентраций: массовая доля вещества в растворе или процентная концентрация ω (%); молярная концентрация C_M (моль/л); эквивалентная или нормальная концентрация C_N (моль/л). Состав раствора можно также выразить через его плотность ρ (г/мл).

1. Массовая доля вещества в растворе ω (%) показывает, сколько процентов масса растворенного вещества составляет от массы раствора:

$$\omega(\%) = \frac{m(\text{вещества})}{m(\text{раствора})} \cdot 100\%$$

Для приготовления определенной массы раствора с заданной массовой долей рассчитывают массу растворяемого вещества и воды. Затем берут навеску растворяемого вещества на теххимических весах, отмеряют мерным цилиндром воду, помещают их в стакан и перемешивают стеклянной палочкой до получения однородного раствора.

2. Молярная концентрация C_M (моль/л) показывает количество молей растворенного вещества в 1 литре раствора.

$$C_M = \frac{n}{V(\text{раствора})} = \frac{m}{M \cdot V}$$

где m – масса растворенного вещества, г;

M – его молярная масса, г/моль;

V – объем раствора, л.

Для приготовления определенного объема раствора заданной молярной концентрации рассчитывают только массу растворяемого вещества и взвешивают ее на аналитических весах. Навеску помещают в мерную колбу соответствующего объема, вливают в нее небольшой объем воды, в которой растворяют навеску. Затем в колбу доливают воду до метки, закрывают пробкой и перемешивают.

3. Эквивалентная или нормальная концентрация C_N (моль/л) показывает число эквивалентов растворенного вещества, содержащихся в 1 литре раствора.

$$C_N = \frac{n_э}{V(\text{раствора})} = \frac{m}{M_э \cdot V} = \frac{m}{M \cdot f_э \cdot V}$$

где m – масса растворенного вещества, г;

$M_э$ – молярная масса эквивалента (эквивалентная масса), г/моль;

M – его молярная масса, г/моль;

$f_{\text{Э}}$ – фактор эквивалентности вещества;

V – объем раствора, л.

Готовят растворы заданной нормальной концентрации аналогично молярным, но при определении массы растворенного вещества для расчета используют не молярную массу вещества, а молярную массу его эквивалента.

4. Титр (от фр. titre – титул, качество, заглавие; от лат. titulus – надпись) раствора – показывает число граммов растворенного вещества в 1 мл или 1 см³ (г/мл; г/см³).

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

где m – масса растворенного вещества, г;

V – объем раствора, мл.

Зная нормальность раствора и молярную массу эквивалента (эквивалентную массу) растворенного вещества, титр легко найти по формуле:

$$T = \frac{C_{\text{Н}} \cdot M_{\text{Э}}}{1000}$$

5. Выражение состава раствора через его плотность ρ основано на том, что с изменением содержания растворенного вещества в данной массе или объеме раствора плотность также изменяется.

Для быстрого, но приближенного определения плотности жидкости служит **ареометр**. Он представляет собой поплавков с дробью или ртутью и узким отростком – трубкой, в которой находится шкала с делениями. Ареометр погружается в различных жидкостях на различную глубину. При этом он вытесняет объемы этих жидкостей одной и той же массы, равной массе ареометра, а, следовательно, обратно пропорциональные их плотности.

Для определения плотности раствор наливают в высокий цилиндр и опускают ареометр так, чтобы он не касался стенок сосуда. То деление шкалы, до которого ареометр погружается в жидкость, показывает плотность этой жидкости. Показания ареометра отмечают по нижнему краю мениска.

От плотности раствора можно перейти к его составу, пользуясь таблицами. Если в таблице нет величины, отвечающей значению на шкале ареометра, а есть близкие значения, то массовую долю вычисляют методом интерполяции (определение промежуточной величины по двум известным крайним).

Пример расчета концентрации раствора по его плотности.

Измеряют плотность раствора ареометром. Например, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,200$ г/см³.

Находят в таблице 1 значения плотностей, в интервале которых находится экспериментальное значение, и соответствующие им концентрации ω (%):

$$\rho_1 = 1,174 \text{ г/см}^3, \omega_1 = 24 \%$$

$$\rho_2 = 1,205 \text{ г/см}^3, \omega_2 = 28 \%$$

Считают, что в этих интервалах концентрация раствора изменяется прямо пропорционально изменению плотности раствора. Находят разницу концентраций для соответствующей разницы плотностей:

$$\Delta 1 = \rho_2 - \rho_1 = 1,205 - 1,174 = 0,031 \text{ г/см}^3$$

$$\Delta 2 = \omega_2 - \omega_1 = 28 - 24 = 4 \%$$

Находят разницу между плотностью данного раствора и меньшей табличной величиной:

$$\Delta 3 = \rho - \rho_1 = 1,200 - 1,174 = 0,026 \text{ г/см}^3$$

На основании пропорции находят поправку к концентрации раствора:

$$\Delta_4 = \frac{\Delta_3 \cdot \Delta_2}{\Delta_1} = \frac{0,026 \cdot 4}{0,031} = 3,35\%$$

Находят истинную концентрацию раствора:

$$\omega (\%) = \omega_1 + \Delta\omega = 24 + 3,35 = 27,35 \%$$

Таблица 1 – Массовая доля ω (%) и плотность растворов кислот

ω (%)	Плотность раствора г/мл			ω (%)	Плотность раствора г/мл	
	H ₂ SO ₄	HCl	CH ₃ COOH		H ₂ SO ₄	CH ₃ COOH
4	1,027	1,019	1,0052	56	1,460	1,0660
8	1,055	1,039	1,0113	60	1,503	1,0685
12	1,083	1,059	1,0171	64	1,547	1,0707
16	1,112	1,079	1,0228	68	1,594	1,0725
20	1,143	1,100	1,0284	72	1,640	1,0740
24	1,174	1,121	1,0337	76	1,687	1,0747
28	1,205	1,142	1,0388	80	1,732	1,0748
32	1,238	1,163	1,0436	84	1,776	1,0742
36	1,273	1,183	1,0481	88	1,808	1,0726
40	1,307		1,0523	92	1,830	1,0696
44	1,342		1,0562	96	1,840	1,0644
48	1,380		1,0598	100	1,838	1,0553
52	1,419		1,0631			

Титриметрический метод анализа

Титриметрический анализ является методом количественного анализа, основанный на точном измерении объемов реагирующих веществ.

Титрование – это процесс приливания раствора с известной концентрацией к раствору с неизвестной концентрацией для установления точно эквивалентного количества.

Титриметрический анализ основан на законе эквивалентов. Рассчитать эквивалентную концентрацию определяемого вещества можно по формуле:

$$C_{H_1} = \frac{C_{H_2} \cdot V_2}{V_1}$$

Требования к титриметрическим реакциям:

- реакция должна быть практически необратимой, нельзя использовать избыток реагента;
- реакция должна протекать достаточно быстро;
- реакция не должна осложняться протеканием побочных реакций;
- концентрация одного из используемых растворов должна быть точно известна.

Для проведения титриметрических определений необходимы растворы с точно известной концентрацией, которые называют стандартными или титрованными.

Приготовить стандартный раствор можно тремя способами:

- по точной навеске, если вещество устойчиво, хорошо растворимо, является химически чистым и его состав строго соответствует определенной формуле (тетраборат натрия Na₂B₄O₇•10H₂O, карбонат натрия Na₂CO₃, щавелевая кислота H₂C₂O₄•2H₂O, дихромат калия K₂Cr₂O₇);
- по приближенной навеске с последующей стандартизацией раствора по первичному стандарту (кислоты, щелочи);

Этот основан на приготовлении растворов веществ, не удовлетворяющих перечисленным выше требованиям. В этом случае сначала готовят раствор приблизительной кон-

центрации по навеске вещества, взятой на технических весах. Параллельно с этим готовят стандартный раствор какого-либо подходящего установочного вещества (первичный стандарт).

Далее первичный стандарт титруют раствором, приготовленным по приблизительной навеске, и, зная концентрацию стандартного раствора, вычисляют концентрацию приготовленного раствора. Растворы, концентрацию которых находят в результате титрования, называются стандартизованными (или титрованными) растворами (или вторичными стандартами), а установление точной концентрации раствора титрованием называют стандартизацией раствора. Для каждого титриметрического метода разработаны методики стандартизации применяемых титрантов, даются рекомендации по выбору первичных стандартов.

- из фиксанала;

Приготовление стандартного раствора из фиксанала сводится к тому, чтобы количественно перенести содержимое ампулы, в которую запаяно точно дозированное количество или различных твердых веществ, или растворов известной концентрации в мерную колбу определенной емкости (чаще всего 1 л), после чего растворить вещество в дистиллированной воде и полученный раствор разбавить водой до метки.

В зависимости от типа используемых химических реакций различают следующие методы титриметрического анализа:

- методы кислотно-основного титрования, основанные на реакции нейтрализации;
- методы окисления-восстановления, основанные на взаимодействии между окислителем и восстановителем;
- методы комплексообразования, основанные на образовании малодиссоциирующих комплексных ионов или молекул;
- методы осаждения, основанные на образовании малорастворимых соединений.

Способы титрования:

В титриметрическом анализе различают прямое, обратное и косвенное титрование.

Прямое титрование.

Прямое титрование основано на том, что к определенному объему раствора определяемого компонента по каплям приливают из бюретки стандартный раствор реагента (титранта). Окончание реакции узнают по изменению окраски индикатора или другим способом. Определение содержания HCl в растворе соляной кислоты с помощью NaOH представляет собой пример прямого титрования. Зная концентрацию раствора титранта и его количество, израсходованное на реакцию с определяемым веществом, можно легко вычислить содержание вещества.

При анализе какого-либо вещества известны его навеска (a), объем титранта $V(B)$, израсходованный на титрование растворенной навески (при анализе методом отдельной навески), и молярная концентрация эквивалента титранта $C_H(B)$. При наличии таких данных массу вещества, $m(A)$, рассчитывают по формуле:

$$m_A = \frac{(C_H \cdot V)_B \cdot M_3(A)}{1000}$$

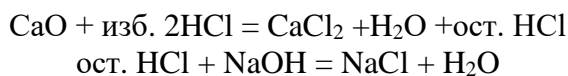
Обратное титрование. Если по каким-либо причинам прямое титрование невозможно (например, из-за малой скорости реакции), то применяют метод обратного титрования (титрование по остатку). Этот прием состоит в том, что к определенному объему раствора определяемого компонента приливают точно измеренный объем стандартного раствора D , взятый в избытке. Избыток не вошедшего в реакцию стандартного раствора D оттитровывают стандартным раствором B (титрантом).

Например, для определения содержания CaO к определенному объему анализируемого раствора приливают точно отмеренное количество стандартизованного раствора HCl, взятого с избытком, а затем непрореагировавший остаток HCl оттитровывают рас-

твором NaOH известной концентрации. Зная объем титранта, израсходованный на реакцию с определяемым компонентом CaO, можно вычислить содержание вещества.

Пример. При определении содержания CaO в образце мела навеску в 0,1500 г обработали 50,00 мл 0,0999 М HCl, остаток кислоты оттитровали 10,00 мл NaOH (k = 1,01). Вычислить массовую долю CaO в образце мела.

Решение:



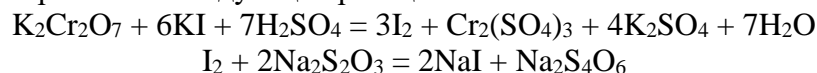
Из условия задачи видно, что определение CaO проводилось методом обратного титрования. Поэтому для расчета массы CaO в образце мела используем формулу:

$$\begin{aligned} m(\text{CaO}) &= \frac{[(C_{\text{H}} \cdot V)_{\text{HCl}} - (C_{\text{H}} \cdot V)_{\text{NaOH}}] \cdot M_3(\text{CaO})}{1000} \\ m(\text{CaO}) &= \frac{(50,00 \cdot 0,0999 - 0,1 \cdot 1,01 \cdot 10,00) \cdot 28}{1000} = 0,0980 \text{ г,} \\ \omega(\text{CaO}) &= \frac{0,0980}{0,1500} \cdot 100 = 65,33\%. \end{aligned}$$

Косвенное титрование. В некоторых случаях прибегают к особому приему титрования, называемому косвенным, или титрованием заместителя. Сущность его заключается в том, что к определенному объему анализируемого раствора прибавляют какой-либо вспомогательный реагент, реагирующий с определяемым компонентом с выделением эквивалентного количества нового вещества (заместителя), которое оттитровывают раствором титранта.

Например, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ определяют путем добавления к его раствору KI и H_2SO_4 . Выделившийся в результате реакции I_2 (заместитель) титруют раствором титранта $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

При этом протекают следующие реакции:



Зная количество титранта $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованное на реакцию с I_2 , количество которого эквивалентно количеству $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, нетрудно вычислить содержание дихромата в анализируемом растворе.

Титрование как при определении концентрации растворов, так и при выполнении количественных определений можно проводить двумя способами: методом отдельных навесок методом пипетирования.

В методе отдельных навесок берут отдельные, близкие по величине навески анализируемого вещества и, растворив каждую из них в произвольном объеме воды, целиком титруют. Для расчета используют формулу:

$$m_A = \frac{(C_{\text{H}} \cdot V)_B \cdot M_3(A)}{1000}$$

В методе пипетирования для титрования берут не весь раствор, а только часть его (аликвоту), отмеренную пипеткой. Если при анализе использован метод пипетирования, то в формулу вводится коэффициент разбавления – отношение объема мерной колбы V_K к объему аликвотной части раствора V_a , взятой для анализа:

$$m_A = \frac{(C_{\text{H}} \cdot V)_B \cdot M_3(A)}{1000} \frac{V_K}{V_a}$$

Важнейшим моментом в титриметрическом анализе является установление точки эквивалентности. В этой точке концентрации реагирующих веществ эквивалентны.

Для установления точки эквивалентности используют разные способы индикации: самоиндикация; специальные индикаторы; физико-химические способы.

В кислотно-основном титровании используют индикаторы – химические соединения, изменяющие окраску в зависимости от среды раствора (от величины рН). Наиболее известными среди них являются лакмус, фенолфталеин, метиловый оранжевый. Выбор индикатора для данного определения осуществляется на основании кривых титрования.

Кривая кислотно-основного титрования показывает зависимость рН раствора от степени его оттитрованности и характеризуется скачком титрования и точкой эквивалентности. Индикатор может быть применим в том случае, если интервал значений рН, в котором меняется окраска индикатора, лежит в области скачка титрования.

Потенциометрический метод анализа

Измерение электрических параметров для определения состава веществ является одним из важнейших приемов аналитической химии. В основе электрохимических методов анализа лежат процессы, протекающие на электродах или в межэлектродном пространстве.

При выполнении анализа используют либо функциональную зависимость тока, потенциала, электрической проводимости (сопротивления) от концентрации анализируемого раствора, либо измеряют эти параметры с целью установления конечной точки титрования определяемого вещества подходящим титрантом (рабочим раствором).

Несмотря на то, что число параметров, характеризующих электрические свойства растворов, ограничено, известно много различных электрохимических методов:

- потенциометрия (частный случай рН-метрии);
- вольтамперометрия (вольтамметрия, амперометрия, полярография);
- кулонометрия;
- кондуктометрия;
- электрогравиметрия.

В электрохимических методах используют уникальную способность окислительно-восстановительных реакций протекать не только при непосредственном контакте, но и при их пространственном разделении.

Электрохимические методы анализа основаны на использовании электрохимических процессов, происходящих в электролитической ячейке (гальваническом элементе, цепи).

Электролитическая ячейка – электрохимическая система, состоящая из электродов (оптимально – это два), один из которых индикаторный или рабочий, а второй – электрод сравнения, и электролитов, контактирующих между собой. В такой системе реализуется способность окислительно-восстановительных реакций протекать при пространственном разделении окислителя и восстановителя. При замыкании цепи в электрохимической ячейке протекает следующая реакция:



Простейшая электрохимическая ячейка представлена на рисунке 1:

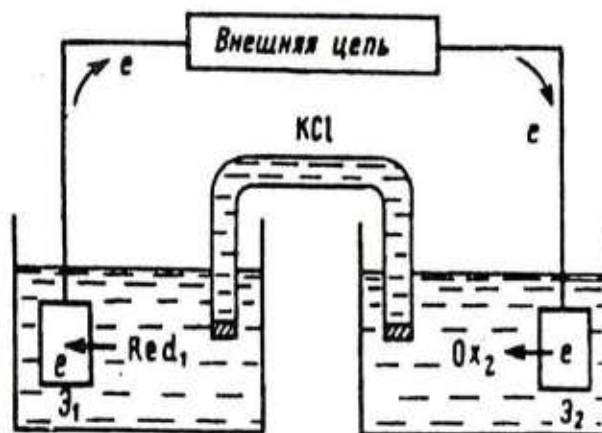


Рисунок 1 – Электрохимическая ячейка: Э₁, Э₂ – электроды; Red₁ – восстановитель; Ox₂ – окислитель.

Электрод, потенциал которого реагирует на изменение состава анализируемого раствора, является индикаторным или измерительным. Такой электрод не должен реагировать с компонентами раствора.

Индикаторные электроды делят на необратимые и обратимые. Как правило, в аналитической химии используют обратимые электроды, для которых выполняется уравнение Нернста. Потенциал таких электродов зависит от активности (концентрации) участников электродной реакции. Материал для таких электродов должен быть химически инертным (например, благородные металлы, углеродные материалы – графит, стеклоуглерод).

Примером индикаторного электрода служит стеклянный (рисунок 2), водородный, хингидронный электроды. К индикаторным электродам относят и ионоселективные электроды, потенциалы которых зависят от концентрации конкретно определяемого иона в растворе (например, фторидселективный, бромидселективный электроды и др.).

Второй электрод должен обладать постоянным и не зависящим от состава раствора потенциалом – это электрод сравнения, так называемая своеобразная точка отсчета измеряемого электрического параметра индикаторным электродом. Электрод сравнения характеризуется низким электрическим сопротивлением, отсутствием влияния на состав раствора, способностью не вызывать появления диффузионного потенциала и т.д.

Примером электродов сравнения могут служить хлорсеребряный электрод (серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра и помещенная в раствор хлорида калия) и каломельный электрод (состоит из металлической ртути, каломели и раствора хлорида калия).

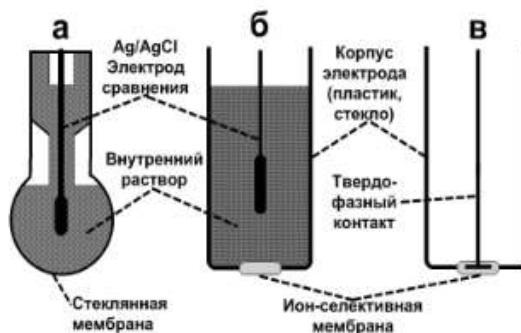


Рисунок 2 – Индикаторные электроды: стеклянный (хлоридсеребряный)-рН чувствительный (а), ионоселективные с жидкой (б) и твердотельной (в) мембраной.

Индикаторные и электроды сравнения имеют различные размеры и формы, изготовленные соответственно методам, в которых их применяют.

На электродах происходят различные физические и химические процессы, о глубине протекания которых можно судить путем измерения напряжения, силы тока, электрического сопротивления, электрического заряда или подвижности заряженных частиц в электрическом поле, являющихся аналитическими сигналами.

Электрохимические методы анализа основаны на использовании зависимости электрических параметров от концентрации и структуры вещества, участвующего в электродной реакции или в электрохимическом переносе зарядов между электродами. Их можно классифицировать следующим образом:

I. Методы без протекания электродной реакции, в которых строение двойного электрического слоя в расчет не принимаются – метод кондуктометрии;

II. Методы, основанные на электродных реакциях в отсутствие тока – метод потенциометрии (частный случай – рН-метрия);

III. Методы, основанные на электродных реакциях под действием тока – методы вольтамперометрии, кулонометрии, электрогравиметрии.

С методической точки зрения электрохимические методы анализа можно разделить на прямые и косвенные. В прямых методах, как правило, используют зависимость любого электрического параметра (силы тока, потенциала, электропроводности и т.д.) от концентрации определяемого компонента. Тогда как, косвенные методы представляют собой методы титрования, в которых конечную точку титрования определяют электрохимическим способом.

Потенциометрические методы основаны на измерении электродвижущих сил гальванических элементов (ЭДС):

$$\text{ЭДС} = E_1 - E_2,$$

где E_1 и E_2 – потенциалы окислителя и восстановителя.

В основе потенциометрических измерений лежит зависимость равновесного потенциала электрода от активности (концентрации) определяемого иона. Потенциал электрода (E) связан с активной концентрацией веществ, участвующих в электродном процессе, уравнением Нернста:

$$E = E_0 + (RT / nF) \cdot \ln a_{\text{Ox}} / a_{\text{Red}},$$

где E_0 – стандартный потенциал электродной реакции (при температуре $T = 298 \text{ K}$);

a_{Ox} и a_{Red} – активности окисленной и восстановленной форм ионов;

n – число электронов, участвующих в окислительно-восстановительном процессе;

R – универсальная газовая постоянная;

F – постоянная Фарадея (96500 Кл/моль).

В потенциометрическом методе измеряют разность потенциалов (напряжение) между индикаторным электродом и электродом сравнения, имеющим постоянный потенциал. Как правило, в потенциометрии применяют мембранные (ионоселективные) и металлические индикаторные электроды. Как было показано ранее, индикаторный электрод должен быстро и необратимо реагировать на изменение концентрации определяемого иона.

Принципиальная схема потенциометрической ячейки представлена на рисунке 3.

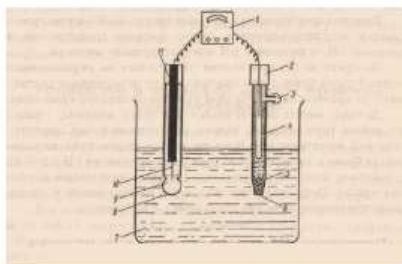


Рисунок 3 – Схема-рисунок потенциметрической ячейки:

- 1 – измерительный прибор (потенциометр); 2 – электрод сравнения;
3 – отверстие для заполнения электрода хлоридом калия; 4 – каломель ($\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ в насыщенном растворе хлорида калия); 5 – кристаллы хлорида калия;
6 – пористая мембрана; 7 – раствор; 8 – стекло, пронизываемое для ионов водорода;
9 – 0,1 М раствор соляной кислоты; 10 – серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра; 11 – стеклянный электрод (индикаторный)

Потенциметрические методы анализа подразделяются на прямую потенциометрию (ионометрию) и потенциметрическое титрование. Ионометрия основана на прямом применении уравнения Нернста для нахождения активностей или концентраций участника электродной реакции по экспериментально измеренной ЭДС цепи или потенциалу соответствующего электрода.

Используя зависимость потенциала индикаторного электрода от состава раствора, определяют конечную точку титрования. Для этого измеряют, потенциал или значение pH после добавления каждой порции титранта. Заметив объем, при котором наблюдается резкое изменение потенциала (pH) – скачок титрования, проводят точное титрование. По полученным результатам можно построить кривую титрования в разных формах: в интегральной, в виде первой и второй производных. Таким образом, конечную точку титрования можно найти графически, считая, что кривая титрования симметрична относительно точки эквивалентности.

В потенциметрическом титровании применяют самые разнообразные реакции: кислотнo-основные, комплексообразования, окислительно-восстановительные и осаждения, дающие достаточно точный результат. Довольно часто в кислотнo-основном титровании в качестве индикаторного электрода используют pH-чувствительный стеклянный.

Потенциметрическое титрование обладает рядом преимуществ по сравнению с прямой потенциметрией: в этом методе не существует искажения результатов за счет диффузионного потенциала, не надо знать коэффициент активности определяемого иона, исключаются субъективные ошибки, можно анализировать мутные и окрашенные растворы и мн. др. Частным случаем потенциометрии является pH-метрия.

Кондуктометрический метод анализа

Кондуктометрия является весьма распространённым физико-химическим аналитическим методом, который применяется при заводском контроле (измерение соледержания котельных вод, регенерация ионообменных смол, контроль процессов очистки воды), в научно-исследовательской работе (определение константы диссоциации, коэффициента растворимости, константы равновесия химических реакций) и других областях науки и техники.

Кондуктометрия характеризуется высокой экспрессностью, простотой и доступностью измерительных приборов, удобством работы и достаточной точностью.

Кондуктометрический метод анализа основан на изучении зависимости между электрической проводимостью раствора и концентрацией ионов в этом растворе. Электрическая проводимость – электропроводность раствора электролита – является результатом диссоциации растворённого вещества и миграции ионов под действием внешнего источника напряжения.

В поле электрического тока движущиеся в растворе ионы испытывают тормозящее действие со стороны молекул растворителя и окружающих противоположно заряженных ионов. Это так называемый релаксационный и электрофоретический эффекты. Результатом такого тормозящего действия является сопротивление раствора прохождению электрического тока. Электропроводность раствора определяется, в основном, числом, скоростью (подвижностью) мигрирующих ионов, количеством переносимых ими зарядов и зависит от температуры и природы растворителя.

Растворы электролитов, являясь проводниками второго рода, подчиняются закону

Ома: $I = U / R$.

Чтобы измерить сопротивление раствора, в него погружают электроды. По аналогии с проводниками первого рода сопротивление раствора прямопропорционально расстоянию между электродами d и обратно-пропорционально площади их поверхности S :

$$R = \rho \cdot d / S.$$

Коэффициент пропорциональности ρ – удельное сопротивление ($\text{Ом} \cdot \text{см}$). При $d = 1 \text{ см}$ и $S = 1 \text{ см}^2$ $R = \rho$, следовательно, удельное сопротивление равно сопротивлению 1 см^3 раствора.

Величину, обратную удельному сопротивлению, называют удельной электрической проводимостью – κ . Удельная электропроводность раствора ($\text{см} \cdot \text{см}^{-1}$ или Ом^{-1}) – это электропроводность 1 см^3 раствора, находящегося между электродами площадью 1 см^2 , расстояние между которыми равно 1 см .

Из выше представленных уравнений следует, что она численно равна току, проходящему через слой раствора с поперечным сечением, равным единице, под действием градиента потенциала 1 В на единицу длины.

Кроме этого различают эквивалентную λ электропроводность раствора или подвижность, которая характеризует электрическую проводимость разбавленных растворов, и зависит от суммарного числа ионов в растворе (то есть от концентрации), числа экспериментальных зарядов, переносимых каждым ионом (то есть от заряда иона), и от скорости движения одинаково заряженных ионов к катоду или аноду под действием электрического поля.

Эквивалентная проводимость может быть определена расчётом из удельной проводимости с помощью формулы: $\lambda = \kappa \cdot V$, где V – разбавление, выраженное в единицах $\text{см}^3/\text{моль}$, и определяемое по формуле $V = 1000 / C$ (C – концентрация раствора).

Электропроводность раствора (или его сопротивление) измеряют в электрохимической (кондуктометрической) ячейке, представляющей собой стеклянный сосуд, смонтированный электродами (для большей площади электродов их платинируют, то есть покрывают платиновой чернью). Конструкция ячейки для кондуктометрических измерений должна соответствовать интервалу измеряемых сопротивлений и константа ячейки при этих измерениях должна оставаться постоянной. Константа ячейки или постоянная ячейки (Θ , см^{-1}) определяется площадью электродов (S , см^2) и расстоянием между ними (d , см):

$$\Theta = d/S.$$

Так как геометрическое определение d и S связано с трудностями, поэтому отношение d/S , называемое постоянной (константой) ячейки Θ , определяют с помощью растворов с известной удельной проводимостью и рассчитывается по формуле:

$$\Theta = \alpha \cdot R_p \text{ или } \Theta = \alpha/W, \text{ т.к. } R_p = 1 / W,$$

где R_p – активное сопротивление, а W – измеряемая проводимость (измеряется по шкале измерительного прибора).

Метод кондуктометрии может быть реализован в варианте прямой кондуктометрии или кондуктометрического титрования. Прямую кондуктометрию используют для измерения концентрации довольно редко, чаще используют метод кондуктометрического титрования, основанный на использовании химической реакции, в результате которой происходит заметное изменение электропроводности раствора. Так как электропроводность является функцией концентрации, то измерение электропроводности осуществляется в процессе титрования.

Прямые кондуктометрические измерения имеют погрешность $1\% - 2\%$, кондуктометрическое титрование – $2\% - 3\%$. Термостатирование процесса существенно увеличивает точность определения.

Фотометрический анализ

Фотометрический анализ основан на переведении определяемого компонента в окрашенное соединение и измерении оптической плотности, или светопоглощения, полученного раствора. Его измеряют путем сравнения интенсивностей света внешнего источ-

ника, падающего на образец и прошедшего сквозь него. Уменьшение интенсивности света при прохождении через образец может быть вызвано светопоглощением не только определяемого вещества, но и других компонентов (например, растворителя), а также рассеянием, отражением и т.д. Чтобы исключить влияние светорассеяния, фотометрируемый раствор должен быть прозрачным. Прочие эффекты можно скомпенсировать, используя раствор сравнения. В простейшем случае им является чистый растворитель или раствор контрольного опыта (содержащий все компоненты, кроме определяемого).

Интенсивность окраски раствора находится в прямой зависимости от концентрации растворенного вещества и от толщины оптического слоя. Эта зависимость выражается основным законом светопоглощения – законом Бугера-Ламберта-Бера: растворы одного и того же вещества при одинаковой концентрации этого вещества и толщине слоя раствора поглощают равное количество световой энергии.

Интенсивность окраски раствора можно охарактеризовать как отношение интенсивности I_0 падающего света к интенсивности I света, прошедшего через раствор. Уменьшение интенсивности света, прошедшего через раствор, характеризуется коэффициентом пропускания (или просто пропусканием): $T = I / I_0$. Взятый с обратным знаком десятичный логарифм пропускания называется оптической плотностью (A):

$$- \lg T = -\lg I / I_0 = \lg I_0 / I = A$$

Зависимость величины оптической плотности от концентрации раствора и толщины оптического слоя определяется математическим выражением закона Бугера-Ламберта-Бера: $A = \lg I_0 / I = \epsilon c l$, где ϵ – молярный коэффициент поглощения, c – молярная концентрация вещества, l – толщина слоя раствора (рисунок 3). Молярный коэффициент поглощения равен оптической плотности раствора с концентрацией $C = 1$ моль/л и толщиной оптического слоя $l = 1$ см.

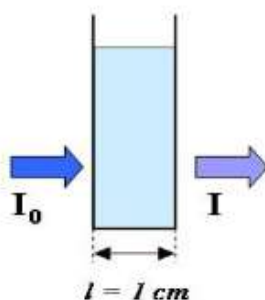


Рисунок 3 – Прохождение света через окрашенный раствор:

I_0 – интенсивность падающего света; I_1 – интенсивность прошедшего через раствор света; l – толщина светопоглощающего слоя.

Графически зависимость оптической плотности раствора от его концентрации выражается прямой, называемой градуировочным графиком (рисунок 4):

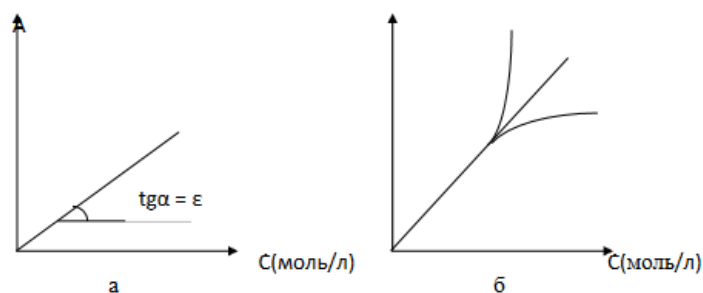


Рисунок 4 – а) градуировочный график; б) график отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера.

Очевидно, что молярный коэффициент поглощения ϵ , при фиксированном значении l является тангенсом угла наклона этой прямой и, следовательно, характеристикой

чувствительности метода (рисунок 4 а).

Закон Бугера-Ламберта-Бера справедлив только для разбавленных растворов. На результат определения также влияют температура, концентрация вещества, присутствие посторонних электролитов, среда раствора.

Прибор для измерения светопоглощения должен выполнять две основные задачи:

1) разложение полихроматического света и выделение нужного интервала длин волн;

2) измерение поглощения света веществом.

Измерение оптической плотности абсорбционными приборами основано на сравнении сигнала от исследуемого раствора и раствора сравнения, светопоглощение которого принимается за нуль.

В зависимости от способа измерения различают одно- и двухлучевые приборы, от способа монохроматизации – фотоэлектродетекторы и спектрофотометры, от способа регистрации – визуальные, регистрирующие и не регистрирующие.

Фотоколориметры(ФЭК) имеют простую конструкцию и пригодны для измерений в видимой и ближней (до 300 нм) УФ – области, оптические детали этих приборов изготовлены из стекла или просветленного стекла (рисунок 5).

Фотоэлектродетекторы используют чаще для проведения серийных определений концентраций веществ.

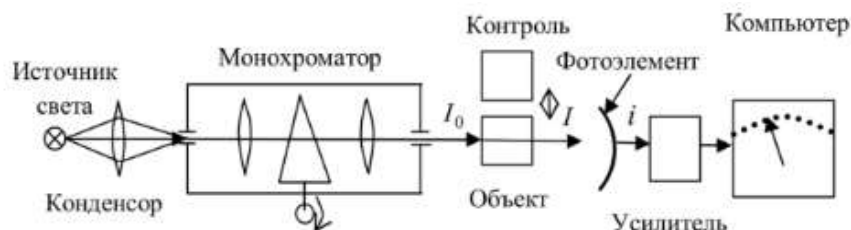


Рисунок 5 – Принципиальная схема фотоэлектродетектора

Современные модели фотоэлектродетекторов, как правило, с функцией диалога с оператором, предназначены для измерения не только пропускания и оптической плотности, но и для измерения скорости изменения оптической плотности, концентрации вещества в растворах после предварительной градуировки фотометра. В качестве монохроматизатора в таких приборах применяются дифракционные решетки, например, в КФК-3-01 с (функцией диалога с оператором), а также КФК-3 представленных на рисунке 6, а, б соответственно.



а – модель марки КФК-3-01



б – модель марки КФК-3

Рисунок 6 – Фотоэлектродетекторы лабораторные

Колориметрические методы применяют для определения малых количеств веществ, при решении проблем технологического контроля, в санитарно-гигиеническом анализе, в диагностике заболеваний, в анализе воздуха, воды, почвы, для определения со-

держания тяжелых металлов, фосфатов в продовольственных и непродовольственных товарах и во многих других областях.

Выбор кюветы для анализа. Предварительный выбор кювет проводится визуально, исходя из интенсивности окраски раствора. Если раствор интенсивно окрашен (темный), следует пользоваться кюветами с малой длиной оптического пути (1–5 мм). В случае слабоокрашенных растворов измерения проводят в кюветах с большой длиной оптического пути (20–50 мм).

Методические рекомендации к лабораторным и практическим занятиям

Лабораторные занятия – это учебные занятия, в ходе которых обучающиеся по заданию и под руководством преподавателя осуществляют учебно-исследовательскую работу. Ведущей целью лабораторных работ является экспериментальное подтверждение и проверка теоретических положений и формирование учебных и профессиональных практических умений. Основная задача лабораторных занятий – приобретение опыта проведения эксперимента; умений и навыков эксплуатации лабораторного оборудования и технических средств; формирование навыков обработки результатов проведенных исследований; анализ и обсуждение полученных результатов, формулирование выводов.

Подготовка к выполнению лабораторной/практической работы включает изучение основного материала по теме работы, ознакомление с реактивами, посудой, оборудованием, требованиями техники безопасности, оформление макета требуемой части лабораторной работы, выполнение предварительных расчетов при необходимости.

К защите лабораторной работы необходимо оформить отчет согласно предъявляемым требованиям, ответить на вопросы, предлагаемые в лабораторном практикуме для самоконтроля. Отчеты ко всем проделанным лабораторным работам оформляются в отдельной тетради последовательно. Каждая лабораторная работа начинается с названия темы и номера и оформляется с нового листа. Далее описывается практическая часть (название опыта и его номер; уравнение химической реакции; полученные результаты или наблюдения). При необходимости в практической части зарисовывают схему установки или прибора данного опыта, составляют таблицу полученных результатов. В заключении формулируются выводы по конкретному опыту; выводы о проделанной работе (анализируются полученные результаты).

Обучающийся должен знать, что кроме навыков работы с реактивами, посудой и оборудованием, подготовка к выполнению работы помогает ему формировать свойства личности, необходимые в будущей практической работе: точность, аккуратность, методичность и пунктуальность.

Темы лабораторных работ:

1. Изучение техники титрования
2. Практическое применение метода
3. Фотометрическое определение содержания иона металла в растворе соли

Практические занятия занимают важное место при изучении химических дисциплин. Практические занятия проводятся с целью выработки практических умений и приобретения навыков в решении задач, отработки упражнений, выполнения расчетов, при работе с нормативными документами, инструктивными материалами, справочниками. Практические занятия являются продолжением лабораторных работ и являются формой контроля за усвоением изученного материала.

Темы практических работ:

1. Подготовка рабочего места, лабораторных условий, средств измерений и оборудования для проведения анализа
2. Правила приготовления растворов и установка их поправочного коэффициента
3. Потенциометрическое титрование

Изучение техники титрования

Цель работы: Определить жесткость пробы воды, представленной для анализа, комплек-

сонометрическим титрованием.

Задание: подготовить рабочее место; установить коэффициент поправки раствора трилона Б; определить жесткость пробы воды, представленной для анализа; провести обработку результатов анализа, определить приемлемость; все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- понятия: титриметрия, титр, титрант, «комплексоны»;
- сущность титриметрического анализа, методы титриметрического анализа;
- правила выполнения основных операций в титриметрическом анализе.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- метод комплексонометрического титрования для определения жесткости воды.

Уметь:

- следовать методике анализа;
- устанавливать поправочный коэффициент;
- правильно выполнять основные операции в титриметрическом анализе;
- правильно обрабатывать результаты анализа;
- правильно оформлять результаты анализа.

Владеть:

- методом комплексонометрического титрования.

Вопросы к защите лабораторной работы:

- что такое комплексоны и для чего они применяются;
- в чем заключается метод определения общей жесткости воды с помощью комплекса III; какое значение при этом имеет величина рН раствора;
- какими свойствами обладают индикаторы, применяющиеся в комплексонометрии.

Практическое применение метода

Цель работы: изучить принцип работы на лабораторном кондуктометре; определить содержания водорастворимых солей в образце с использованием метода кондуктометрии.

Задание: подготовить рабочее место; собрать установку для кондуктометрического титрования; подготовить серию стандартных растворов; определить содержание водорастворимых солей в почвенной вытяжке; провести обработку результатов анализа, определить приемлемость; все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- кондуктометрический метод анализа;
- кривая кондуктометрического титрования;
- устройство лабораторного кондуктометра.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- какая зависимость положена в основу кондуктометрического титрования;
- кривые кондуктометрического титрования для реакций: а) кислотно-основного взаимодействия; б) осаждения; в) комплексообразования;
- в силу, каких причин происходит резкое изменение электропроводности в точке эквивалентности;

Уметь:

- работать на лабораторном кондуктометре;
- собирать установку для кондуктометрического титрования;
- определять содержание водорастворимых солей в почвенной вытяжке;
- проводить обработку результатов анализа, определять приемлемость.

Владеть:

- методом кондуктометрического титрования.

Вопросы к защите лабораторной работы:

- для чего предназначена кондуктометрия;
- каковы достоинства кондуктометрического титрования;
- каковы преимущества кондуктометрического титрования перед другими титриметрическими методами.

Фотометрическое определение содержание иона металла в растворе соли

Цель работы: освоить фотометрический метод определения содержания меди в воде.

Задание: подготовить рабочее место; подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору; определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого раствора; определить содержание меди в анализируемом растворе; провести обработку результатов анализа; все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- спектрофотометрические методы анализа;
- устройство и принцип работы фотометра;
- оптическая плотность.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- методику выбора оптимальной длины волны;
- метод фотометрического определения содержания меди в воде.

Уметь:

- подготавливать к работе фотометр в соответствии с инструкцией;
- определять оптическую плотность;

Владеть:

- методом определения содержания меди в анализируемом растворе;

Вопросы к защите лабораторной работы:

- основной закон светопоглощения;
- как зависят оптическая плотность и пропускание от концентрации вещества;
- чем определяется выбор оптического прибора и толщина кюветы для измерения оптической плотности и пропускания раствора;
- в чем сущность метода градуировочного (калибровочного) графика и каковы его особенности.

Подготовка рабочего места, лабораторных условий, средств измерений и оборудования для проведения анализа

Цель работы: изучить процедуру подготовки рабочего места, лабораторных условий, средств измерений и оборудования для проведения анализа с целью обеспечения точности, надежности и безопасности эксперимента.

Задание: подготовить рабочее место; провести калибровку пипетки градуированной на 10,0 мл, пипетки Мора на 25,0 мл, мерной колбы на 50,0 мл, бюретки на 25,0 мл.; провести обработку полученных результатов; сделать вывод о соответствии полученных результатов требованиям нормативных документов; все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- калибровка мерной посуды;
- мерная посуда.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- методы калибровки мерной посуды.

Уметь:

- проводить калибровку мерной посуды.

Владеть:

- методами калибровки мерной посуды;

Вопросы к защите лабораторной работы:

- в чем заключается метод калибровки мерной посуды;

- при какой температуре проводят калибровку мерной посуды.

Правила приготовления растворов и установка их поправочного коэффициента

Цель работы: изучить методику расчета приготовления растворов разных концентраций, выполнить расчеты по предложенным вариантам и приготовить растворы указанных концентраций.

Задание: выполнить расчеты по предложенным вариантам; подготовить рабочее место; приготовить растворы указанных концентраций по заданию преподавателя; полученные растворы предоставить преподавателю на проверку, а затем слить в специально отведенные емкости.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- массовая доля вещества в растворе или процентная концентрация;
- молярная концентрация;
- эквивалентная или нормальная концентрация.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- методы расчета навесок с целью приготовления растворов разных концентраций.

Уметь:

- рассчитывать массы навесок для приготовления растворов разных концентраций;
- готовить растворы разных концентраций;

Владеть:

- формулами для расчета массы навесок с целью приготовления растворов разных концентраций;
- техникой приготовления растворов.

Вопросы к защите лабораторной работы:

- что такое титр;
- что такое фактор эквивалентности;
- для чего нужен ареометр.

Потенциометрическое титрование

Цель работы: приобрести навыки работы на потенциометре (рН-метре); освоить потенциометрический метод определения рН воды.

Задание: подготовить рабочее место; подготовить прибор к работе в соответствии с инструкцией; определить рН воды; провести обработку результатов анализа; все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- потенциометрический метод анализа;
- водородный показатель;
- индикаторный электрод;
- электрод сравнения.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- сущность метода определения рН воды;
- условия проведения анализа;
- принцип работы прибора (рН-метр).

Уметь:

- настраивать рН-метр для работы;
- проводить анализы для определения рН;
- обрабатывать результаты анализа.

Владеть:

- методами потенциометрического анализа.

Вопросы к защите лабораторной работы:

- в чем сущность потенциометрического метода анализа;
- какого рода определения можно проводить с помощью потенциометрического анализа

- каковы функции индикаторного электрода и электрода сравнения;
- в чем заключается подготовка рН-метра к работе;

Методические указания для самостоятельной работы

Для успешного усвоения материала обучающийся должен кроме аудиторной работы заниматься самостоятельно. Самостоятельная работа является активной учебной деятельностью, направленной на качественное решение задач самообучения, самовоспитания и саморазвития. Самостоятельная работа обучающихся выполняется без непосредственного участия преподавателя, но по его заданию и в специально отведенное для этого время. Условием эффективности самостоятельной работы обучающихся является ее систематическое выполнение.

Целью самостоятельной работы по учебной дисциплине является закрепление полученных теоретических и практических знаний по дисциплине, выработка навыков самостоятельной работы и умения применять полученные знания. Самостоятельная работа направлена на углубление и закрепление знаний и умений, комплекса профессиональных компетенций, повышение творческого потенциала. Самостоятельная работа заключается в проработке тем лекционного материала, поиске и анализе литературы из учебников, учебно-методических пособий и электронных источников информации по заданной проблеме, изучении тем, вынесенных на самостоятельную проработку, подготовке к лабораторным работам, выполнению творческих индивидуальных работ.

Формой итогового контроля по дисциплине является экзамен. Обучающиеся получают допуск к экзамену только после выполнения всех видов самостоятельной работы.

Требования охраны труда и техники безопасности

1. Требования охраны труда и техники безопасности.
2. Техника безопасности при эксплуатации электрооборудования.
3. Какие меры предусмотрены для обеспечения вентиляции и утилизации химических отходов в соответствии с требованиями охраны труда.

Основные понятия количественного химического анализа

1. Основные понятия количественного химического анализа.
2. Как оценить точность и представительность полученной пробы в химическом анализе.
3. Как влияет неправильный пробоотбор на результаты количественного химического анализа.

Приготовление растворов

1. Какие факторы могут повлиять на точность и стабильность приготовленных растворов.
2. Какие методы можно использовать для измерения концентрации растворов.
3. Как правильно разбавить концентрированный раствор до нужной концентрации.

Титриметрический метод анализа

1. Какие факторы могут влиять на точность и надежность результатов титриметрического анализа.
2. Какие методы калибровки и стандартизации используются в титриметрии для обеспечения точности измерений.
3. Какие особенности выбора индикаторов и реагентов влияют на успешное проведение титриметрического анализа.

Потенциометрический метод анализа

1. Какие факторы могут влиять на точность измерения при использовании потен-

циометрического метода анализа.

2. Какие особенности выбора электродов и растворителя могут повлиять на результаты потенциометрического анализа.
3. Каким образом можно определить концентрацию неизвестного вещества с использованием потенциометрического метода анализа.

Кондуктометрический метод анализа

1. Какие факторы могут оказывать влияние на точность измерения электропроводности при использовании кондуктометрического метода анализа.
2. Как можно оптимизировать процесс калибровки кондуктометра для получения наиболее точных результатов при анализе образцов методом кондуктометрии.
3. Какие особенности выбора электродов следует учитывать при проведении анализа методом кондуктометрии и какие проблемы могут возникнуть при неправильном выборе электродов.

Фотометрический анализ

1. Какие особенности спектрального разложения света необходимо учитывать при проведении фотометрического анализа.
2. Какие типы образцов можно анализировать с использованием фотометрии.
3. Какие преимущества предоставляет фотометрический метод анализа по сравнению с другими методами.

Методические рекомендации к текущему контролю

Текущий контроль позволяет оценить степень освоения учебного материала и проводится для оценки результатов изучения тем/разделов учебной дисциплины. Текущий контроль проводится в виде тематического контроля по итогам изучения отдельных тем курса; и в виде рубежного контроля – по итогам изучения раздела или нескольких разделов курса. В качестве оценочных средств используются: собеседование; практические занятия, лабораторные работы и их защита.

Устный опрос

Устный опрос — метод контроля, позволяющий не только опрашивать и контролировать знания обучающихся, но и сразу же поправлять, повторять и закреплять знания, умения и навыки.

Устный опрос позволяет поддерживать контакт с обучающимися, корректировать их мысли; развивает устную речь (монологическую, диалогическую); развивает навыки выступления перед аудиторией.

Принято выделять два вида устного опроса:

- фронтальный (охватывает сразу несколько обучающихся);
- индивидуальный (позволяет сконцентрировать внимание на одном обучающемся).

Лабораторные занятия. Спецификой лабораторных занятий является то, что теоретические знания, которые получили обучающиеся на лекциях, они не только применяют на практике, но при этом знакомятся с лабораторным оборудованием, сами на нем работают и в наглядной, образной форме получают результат. При подготовке к выполнению лабораторной работы обучающийся должен изучить основной и дополнительный материал по теме данной работы. Тщательно разобраться в описании работы, изучить реактивы и разобраться в оборудовании, с которым придется работать, уяснить требования техники безопасности при работе с реактивами и оборудованием. Оформить требуемую часть лабораторной работы, если необходимы предварительные расчеты данных, выполнить их. Ответить на все вопросы, записанные в лабораторном практикуме. Обучающийся должен уяснить, что кроме навыков работы с реактивами и оборудованием, эта подготовка помо-

гает ему формировать свойства личности, необходимые в будущей практической работе: точность, аккуратность, методичность и пунктуальность.

Форма и условия аттестации: текущая аттестация во внеурочное время в форме защиты лабораторной работы (собеседование).

Методические рекомендации к проведению занятий с использованием активных форм

Федеральный государственный образовательный стандарт среднего профессионального образования (ФГОС СПО) одним из требований к условиям реализации основных образовательных программ обязывает использовать в учебном процессе активные и интерактивные формы проведения занятий в сочетании с внеаудиторной работой с целью формирования и развития профессиональных навыков обучающихся.

Внедрение активных и интерактивных форм обучения – одно из важнейших направлений совершенствования подготовки обучающихся.

Активные методы обучения – формы обучения, направленные на развитие у обучаемых самостоятельного мышления и способности квалифицированно решать нестандартные профессиональные задачи. Цель обучения – развивать мышление обучаемых, вовлечение их в решение проблем, расширение и углубление знаний и одновременное развитие практических навыков и умения мыслить, размышлять, осмысливать свои действия.

Интерактивное обучение – это специальная форма организации познавательной деятельности. Она имеет в виду вполне конкретные и прогнозируемые цели:

- повышение эффективности образовательного процесса, достижение высоких результатов;
- усиление мотивации к изучению дисциплины;
- формирование и развитие профессиональных навыков обучающихся;
- формирование коммуникативных навыков;
- развитие навыков анализа и рефлексивных проявлений;
- развитие навыков владения современными техническими средствами и технологиями восприятия и обработки информации;
- формирование и развитие умения самостоятельно находить информацию и определять ее достоверность;
- сокращение доли аудиторной работы и увеличение объема самостоятельной работы студентов.

Интерактивные формы применяются при проведении аудиторных занятий, при самостоятельной работе обучающихся и других видах учебных занятий, а также при повышении квалификации.

ФОО	Лекция	лабораторные работы
Методы		
Методы проблемного обучения	Тема 3.1 Пробоотбор	
Разбор конкретной ситуации		Лабораторные работы по всем темам

Проблемное обучение — организованный педагогом способ активного взаимодействия субъекта с проблемно-представленным содержанием обучения, в ходе которого он приобщается к объективным противоречиям научного знания и способам их решения. Учитя мыслить, творчески усваивать знания.

Метода «разбор конкретной ситуации». Метод представляет собой изучение и анализ принятия решений по ситуации, которая возникла в результате происходящих событий, реальных ситуаций