

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана химического факультета
А. С. Князев

Оценочные материалы по модулю

Модуль Методы аналитической химии

по специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Специализация:

Фундаментальная и прикладная химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Химик / Химик-специалист. Преподаватель химии

Год приема

2024

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП
В.В. Шелковников

Председатель УМК

В.В. Шелковников

1. Компетенции и индикаторы их достижения, проверяемые данными оценочными материалами

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– БК-2. Способен использовать этические принципы в профессиональной деятельности;

– ОПК-1. Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений в различных областях химии;

– ОПК-2. Способен проводить синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследовать процессы с их участием;

– ОПК-3. Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием, используя современное программное обеспечение и базы данных профессионального назначения;

– ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках;

– ПК-2. Способен на основе критического анализа результатов НИР и НИОКР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках;

– ПК-7. Способен проводить анализ химического состава природных и технологических объектов.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

РОБК 2.1 Знает основы и принципы профессиональной этики в соответствующей области профессиональной деятельности.

РООПК 1.1 Знает теоретические основы неорганической, органической, физической и аналитической химии, применяет их при решении профессиональных задач в других областях химии.

РООПК 1.2 Умеет систематизировать и интерпретировать результаты экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.

РООПК 1.3 Умеет грамотно формулировать заключения и выводы по результатам работы.

РООПК 2.2 Знает теоретические основы методов изучения состава, структуры и свойств для грамотного выбора метода исследования.

РООПК 2.3 Умеет проводить стандартные синтезы по готовым методикам, выполнять стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов, а также использовать серийное научное оборудование для изучения их свойств.

РООПК 3.1 Знает основы теоретической физики, математического анализа и квантовой химии, основные теоретические и полуэмпирические модели, применяемые при решении задач химической направленности.

РООПК 3.2 Умеет решать расчетно-теоретические задачи химической направленности по разработанным методикам, использовать аппарат теоретической химии и физики для грамотной интерпретации полученных результатов

РОПК 1.2 Умеет выбирать экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

РОПК 2.1 Умеет систематизировать информацию, полученную в ходе НИР и НИОКР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными

РОПК 7.1 Умеет выполнять стандартные операции пробоотбора, пробоподготовки, химического и физико-химического анализа различных объектов.

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

- устный опрос;
- отчет по лабораторной работе;
- индивидуальное домашнее задание (ИДЗ);
- реферат;
- доклад по теме реферата;
- сдача модуля;
- курсовая работа;
- тестирование.

Примеры оценочных средств для модуля

1) Устный опрос (РООПК 1.1)

Устный опрос по теме проводится на семинарах и лабораторных работах. В третьем семестре проводится 12 семинаров, в четвёртом семестре – 10.

Темы семинаров в I части дисциплины «Аналитическая химия» (3 семестр):

1. Способы выражения концентрации растворов (повторение). Чувствительность аналитических реакций.
2. Сильные и слабые электролиты. ЗДМ, границы его применимости. Общие принципы расчета химических равновесий (прямая и обратная задачи).
3. Закон разбавления Оствальда. Влияние сильных электролитов на степень диссоциации слабых кислот и оснований.
4. Расчет pH в сложных кислотно-основных системах.
5. Равновесие в системе «кислота – сопряженное основание – растворитель». Влияние природы растворителя на силу кислоты и основания.
6. Теория Брэнстеда-Лоури. Равновесия в растворах катионокислот, анионооснований (заряженные протолиты Брэнстеда).
7. Реакции в растворах амфолитов. Расчет суммарной константы равновесия, степени диссоциации катионокислот и анионооснований, концентрации ионов водорода в растворах амфолитов.
8. Буферные растворы, сущность буферного действия. Расчет pH и емкости буферных растворов. Приготовление буферных растворов с указанными значениями pH и π .
9. Равновесие в гетерогенной системе «осадок-раствор».
10. Влияние конкурирующих реакций (протонирование аниона, образование гидроксокомплексов катионом) на растворимость осадка. Растворимость малорастворимых солей слабых кислот в сильных и слабых кислотах.
11. Равновесия в реакциях комплексообразования. Константа устойчивости и нестойкости. Применение реакций комплексообразования в анализе.
12. Окислительно-восстановительное равновесие.

Темы семинаров во II части дисциплины «Аналитическая химия» (4 семестр):

1. Расчеты в гравиметрии (навеска образца, объем осадителя, результат анализа).
2. Типы погрешностей (случайные, систематические, грубые). Погрешности в гравиметрии: погрешность взвешивания, потери от растворимости при осаждении, промывании осадка.
3. Способы выражения концентраций в титриметрии (молярная концентрация и молярная концентрация эквивалента вещества, титр, титр рабочего раствора по определяемому веществу, эмпирический титр). Приготовление растворов. Установление концентрации рабочего раствора методами пипетирования, отдельных навесок.

4. Расчёт кривых кислотно-основного титрования (на примере Na_2CO_3). Индикаторные погрешности.
5. Расчет результатов анализа и погрешности в титриметрическом методе (прямое, обратное, заместительное титрование).
6. Расчёт кривых титрования в методе редоксиметрии. Индикаторные погрешности.

Примеры вопросов для устного опроса

Семинар (Гравиметрический метод анализа. Расчёты)

1. Какие стандартные операции выполняют в ходе гравиметрического анализа? Охарактеризуйте кратко цель каждой из них.
2. Какими свойствами осадка должна обладать осаждаемая форма?
3. Какими способами можно получать гравиметрическую форму?
4. Какую цель преследуют, употребляя при осаждении избыток осадителя? Почему нельзя брать слишком большой избыток?
5. Рассчитайте значение гравиметрического фактора для следующих случаев:

Определяемое вещество	Гравиметрическая форма
As_2O_3	Ag_3AsO_4
FeSO_4	Fe_2O_3
K_2O	$\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$
SiO_2	KAlSi_3O_8

Лабораторная работа (Дихроматометрия. Определение Fe(II) с визуальной и потенциометрической индикацией) (РООПК 2.2)

1. Для чего при титровании Fe(II) раствором $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в присутствии индикатора дифениламина добавляют H_3PO_4 ? Нужно ли добавлять H_3PO_4 в случае дихроматометрического определения Fe(II) с фенилантрапиновой кислотой ($E_{\text{Ind}} = 1,08 \text{ В}$)?
2. Где будет расположена точка эквивалентности на кривой титрования раствора Fe(II) раствором $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ относительно точки симметричности?
3. Сравните нахождение КТТ с использованием индикатора дифениламина и из данных потенциометрического титрования. Какие существуют способы определения КТТ при потенциометрическом титровании? Какой способ более точный?
4. Обсудите результаты статистической обработки (воспроизводимость, правильность, экспрессность). Укажите на наличие или отсутствие систематической погрешности при титровании с визуальной и потенциометрической индикацией.
5. Каковы преимущества потенциометрического титрования?

Лабораторная работа (Кондуктометрическое титрование. Определение хлороводородной кислоты) (РООПК 2.2)

1. На основании уравнения реакции и данных о подвижности ионов нарисуйте предполагаемый вид кривой титрования в координатах $W - V(\text{NaOH})$.
2. Какие факторы должны поддерживаться в процессе кондуктометрического титрования на постоянном уровне?
3. На что влияет изменение объема раствора в процессе титрования?
4. Проведите обоснование выбора кислотно-основного индикатора при определении конечной точки титрования с визуальной индикацией.

2) *Индивидуальные домашние задания (ИДЗ)*

Подразделяются на теоретические ИДЗ и расчётные ИДЗ. В 3 семестре студенты выполняют только расчётные ИДЗ, в 4 семестре – теоретические и расчётные ИДЗ. Номер ИДЗ соответствует порядковому номеру студента в контрольном Журнале преподавателя. Теоретические ИДЗ направлены на подготовку рефератов по практическому применению химических методов анализа и представлению доклада в

студенческой аудитории. При этом формируется и оценивается компетенция (РООПК 1.1):

Задание к модулю 4. Практическое применение гравиметрического метода. Определение элементов в природных объектах, металлах и сплавах.

В работе представьте: сущность методики, условия осаждения, уравнения реакций, гравиметрическую и осаждаемую формы, структуру осадка, промывную жидкость, мешающие ионы и способы их устранения, используемую литературу; проведите необходимые расчёты навески для анализа, объёма осадителя, гравиметрического фактора.

- | | |
|---|----------------------|
| 1. S (SO ₄ ²⁻) | 8. Cu ²⁺ |
| 2. Mg ²⁺ | 9. Pb ²⁺ |
| 3. P (PO ₄ ³⁻) | 10. Co ²⁺ |
| 4. ΣR ₂ O ₃ (F ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ , MnO ₂ , TiO ₂) | 11. Cl ⁻ |
| 5. SiO ₂ | 12. Al ³⁺ |
| 6. Ca ²⁺ | 13. CO ₂ |
| 7. Ni ²⁺ | |

Информацию обобщите в форме таблицы:

Определяемый элемент	Осадитель, условия осаждения	Уравнения реакций, лежащих в основе определения	Структура осадка	Осаждаемая форма	Гравиметрическая форма	Промывная жидкость	Мешающие ионы, их устранение	Анализируемые объекты	Литература

Примеры расчётных индивидуальных заданий (РООПК 3.2):

Задание к модулю 5.

Постройте кривую титрования указанного протолита сильным протолитом (HCl или NaOH). Предложите подходящие индикаторы и для одного из них оцените индикаторную погрешность.

№	Протолит	Ka (Kb)	c _o , моль/л	V _o , мл	c(HCl/NaOH), моль/л
1	CH ₃ CH(OH)COOH (молочная)	Ka = 1,5 · 10 ⁻⁴	0,05	20	0,025
2	NaCN	Ka = 6,2 · 10 ⁻¹⁰	0,025	50	0,05
3	C ₆ H ₅ COOH (бензойная)	Ka = 6,3 · 10 ⁻⁵	0,1	25	0,05
4	Na ₃ PO ₄	Ka ₁ = 7,1 · 10 ⁻³	0,02	20	0,02
5	H ₃ PO ₄	Ka ₂ = 6,2 · 10 ⁻⁸ Ka ₃ = 5 · 10 ⁻¹³	0,05	100	0,1
6	H ₂ CO ₃	Ka ₁ = 4,5 · 10 ⁻⁷ Ka ₂ = 4,8 · 10 ⁻¹¹	0,1	50	0,025
7	H ₃ AsO ₄	Ka ₁ = 5,7 · 10 ⁻³ Ka ₂ = 1,1 · 10 ⁻⁷ Ka ₃ = 3,2 · 10 ⁻¹²	0,025	20	0,05
8	(CH ₃) ₂ NH + H ₂ O (диметиламин)	Kb = 5,4 · 10 ⁻⁴	0,01	100	0,02
9	HNO ₂	Ka = 6,9 · 10 ⁻⁴	0,05	50	0,025
10	HOH ₂ + H ₂ O (гидроксиламин)	Kb = 9,1 · 10 ⁻⁹	0,1	25	0,05
11	H ₃ BO ₃	Ka ₁ = 7,1 · 10 ⁻¹⁰ Ka ₂ = 1,8 · 10 ⁻¹³ Ka ₃ = 1,6 · 10 ⁻¹⁴	0,02	50	0,04

12	$(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N} + \text{H}_2\text{O}$ (триэтиламин)	$K_b = 5,1 \cdot 10^{-4}$	0,05	20	0,02
13	H_2S	$K_{a1} = 9,5 \cdot 10^{-8}$ $K_{a2} = 1,3 \cdot 10^{-14}$	0,025	25	0,025

3) **Примеры расчётных задач** (образцы заданий для экспресс-контроля на семинарском занятии в виде небольшой СРС по решению задач на заданную тему):

Семинар (Влияние сильных электролитов на степень диссоциации слабых кислот и оснований. Расчет pH в растворах смеси кислот и оснований)

- Сравните pH 0,1 М водных растворов NH_4OH ($K_b = 1,76 \cdot 10^{-5}$; $pK_b = 4,76$) и NaOH . Объясните их различие.
- Бензойную кислоту $\text{HC}_7\text{H}_5\text{O}_2$ используют для консервирования некоторых пищевых продуктов, чтобы предотвратить их заплесневение и бактериальное разложение. Сколько граммов бензойной кислоты содержится в 3,00 л раствора этой кислоты с $\text{pH} = 2,80$?
- Определите степень диссоциации HCN ($K_a = 5,0 \cdot 10^{-10}$; $pK_a = 9,30$) в растворе, состоящем из смеси 0,1 М HCN и 0,1 М NaCl .

Семинар (Буферные растворы)

- Один из компонентов буферного раствора $\text{N}_2\text{H}_5\text{OH}$. Укажите второй компонент буферной пары ($pK_b = 6,01$).
- Укажите pH данного буферного раствора и интервал, в котором он меняется.
- Изменится ли pH этого буферного раствора, если его разбавить в 10 раз водой?

Семинар (Расчёт кривых титрования и индикаторных погрешностей в редоксиметрии)

Рассчитайте: 1) E при титровании 10 мл раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ раствором $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ при $\text{pH}=1$, если степень оттитрованности f: 0,25; 1,0; 1,1 ($E^\circ(\text{CO}_2/\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = -0,49 \text{ В}$, $E^\circ(\text{Ce}(\text{SO}_4)_3^{2-}/\text{Ce}^{3+}) = 1,44 \text{ В}$); 2) величину скачка (ΔE) на кривой титрования, чтобы погрешность титрования не превышала $\pm 0,2 \%$; 3) индикаторную погрешность титрования в присутствии индикатора с $E^\circ_{\text{ind}} = 0,5 \text{ В}$.

4) Примеры заданий для сдачи модулей

Сдача модуля предполагает ответ на теоретические вопросы тем, входящих в соответствующий модуль, и решение задач по данным темам. Билет с заданиями по Модулю комбинирует вопросы коллоквиума и контрольной работы.

Модуль 1 (теоретические вопросы)

- Выведите формулу для расчета pH растворов слабых кислот на примере HCOOH . Какие приближения возможны при выводе упрощенной формулы? Укажите в каждой из перечисленных ниже пар ионов более сильную кислоту Бренстеда в воде: а) NH_4^+ или CH_3NH_3^+ ; б) Fe^{3+} или Cr^{3+} ? Ответ подкрепите расчётом.
- Составьте уравнения: материального баланса, электронейтральности, ЗДМ для водного раствора H_3PO_4 .
- Напишите реакции автопротолиза, выражения констант автопротолиза для воды, жидкого аммиака ($pK_{\text{SH}}=33$), безводной серной кислоты ($pK_{\text{SH}}=4$), этанола ($pK_{\text{SH}}=19$). Каков pH нейтрального раствора данных растворителей? В каком из водных растворов (0,003 М CH_3COOH , $1 \cdot 10^{-7}$ М H_2SO_4 или $1 \cdot 10^{-4}$ М HCl) следует учитывать автопротолиз растворителя при расчете концентрации H^+ -ионов? Ответ обоснуйте.

Модуль 1 (расчётные задания)

- Рассчитайте концентрацию ионов пиридиния ($\text{C}_5\text{H}_5\text{NH}^+$) при растворении пиридина ($C=0,1$ моль/л) в муравьиной кислоте ($pK_b = 0,27$). Сравните с концентрацией этих ионов в водном растворе ($pK_b = 8,85$). Объясните различие.
- Как изменится pH 0,20 М раствора H_2CO_3 при добавлении к 250 мл его 50 ммоль NaOH ?
- Рассчитайте pH водного раствора $5 \cdot 10^{-5}$ М хлорида триметиламмония. Для $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ $pK_b=4,09$.

Модуль 4 (теоретические вопросы)

1. Какие осадки (кристаллические или аморфные) адсорбируют растворённые вещества в большей степени? Почему? Как влияют на процесс адсорбции: а) температура; б) величина удельной поверхности осадка; г) концентрация адсорбирующегося вещества в растворе? Ответ аргументируйте.

2. Что такое относительное пересыщение? Какие индивидуальные свойства осаждаемого соединения и каким образом влияют на структуру осадка? Какова роль разбавления, перемешивания, регулирования температуры, скорости добавления осадителя при выделении CaC_2O_4 ? Сформулируйте условия аналитического выделения подобных осадков.

3. Определение никеля в виде диметилглиоксимата. Какова структура осадка? Какова техника осаждения для получения чистой осаждаемой формы? Чем промывают осадок и какие фильтры используют?

Модуль 4 (расчётные задания)

1. Для определения массовой доли (%) $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в соли Мора навеску препарата массой 1,126 г прокалили и получили 0,2108 г Fe_2O_3 . Определите степень чистоты препарата (%).

2. Сколько мл 9,13%-ной серной кислоты (плотность 1,060 г/мл) требуется для осаждения всего бария в виде сульфата из раствора, содержащего 0,55 г чистого $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$?

3. При определении алюминия в сплаве его осадили в виде AlPO_4 . Какова максимальная относительная погрешность (%) определения Al в образце, если навеска массой 3,6500 г взята на весах с погрешностью $\varepsilon_g = \pm 0,1$ мг; осаждение провели из 20 мл раствора, создав избыточную концентрацию $[\text{PO}_4^{3-}] = 0,25$ моль/л; осадок промыли 50 мл воды? Примерное содержание Al в сплаве 30%.

Модуль 6 (теоретические вопросы)

1. На примере окисления AsO_4^{3-} -ионами I^- ионов: $\text{AsO}_4^{3-} + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+ \leftrightarrow \text{AsO}_3^{3-} + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$ обсудите возможность обратимости редокс-реакций. Назовите условия, когда указанная реакция будет протекать вправо, и условия, когда реакция будет протекать влево практически до конца.

2. Железо (II) титруют раствором $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ при различных значениях pH: 0, 1, 3. Как учесть влияние pH при построении кривой титрования? Как это отразится на величине скачка титрования на кривой? Проиллюстрируйте рисунком.

3. Объясните принцип действия индикаторов (метилловый оранжевый, метилловый красный) в броматометрии при определении восстановителей. Почему при титровании добавляют KBr ?

4. В каких условиях (pH) проводят определение NO_2^- -иона методом перманганатометрии? Запишите реакцию, укажите факторы эквивалентности. Почему возможны потери нитрит-ионов? Какие приемы используют для их уменьшения?

Модуль 6 (расчётные задания)

1. Образец, содержащий $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворили и к раствору добавили избыток K_2CrO_4 . После выделения осадка BaCrO_4 его отфильтровали и растворили для превращения CrO_4^{2-} в $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$. К полученному раствору добавили избыток KJ и на титрование выделившегося иода израсходовали 48,7 мл раствора тиосульфата с концентрацией 0,1370 моль/л. Рассчитайте массовую долю (%) $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в образце, если для анализа взяли навеску 0,6460 г.

2. Вычислите индикаторную погрешность титрования раствора ванадия (III) раствором $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в сернокислой среде (pH=0) в присутствии индикатора ферроина ($E_{ind}^0 = 1,06\text{В}$).

3. Рассчитайте потенциал при титровании FeSO_4 раствором KMnO_4 в кислой среде ($\text{pH}=1$), если к 100 мл FeSO_4 с $c(\text{FeSO}_4) = 0,1$ моль/л прибавлено: а) 99,50 мл б) 101,25 мл KMnO_4 с $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/л.

5) Примеры тестовых заданий (РООПК 2.2, РОПК 1.2):

1. Влияние ионной силы раствора нужно учитывать при расчете равновесий в водном растворе...

- а) 0,1 М КОН
- б) 0,5 М NH_4OH
- в) 0,001 М LiOH
- г) 0,1 М $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$

2. Реакцию автопротолиза растворителя следует учитывать при расчете равновесных концентраций ионов в водных растворах ...

- а) $2 \cdot 10^{-4}$ М КОН
- б) 0,1 М HCl
- в) $5 \cdot 10^{-7}$ М КОН
- г) 0,05 М NH_4OH

3. Гравиметрический множитель при определении $\text{Mg}(\text{II})$ в виде $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$:

- а) $\frac{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}{2M(\text{Mg}^{2+})}$; б) $\frac{M(\text{Mg})}{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}$;
- в) $\frac{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}{M(\text{Mg}^{2+})}$; г) $\frac{2M(\text{Mg})}{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}$.

4. Молярная масса эквивалента H_3PO_4 при титровании её стандартным раствором NaOH с индикатором фенолфталеином:

- а) $\frac{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}{3}$, б) $M(\text{H}_3\text{PO}_4)$, в) $\frac{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}{2}$.

5. Гравиметрическая форма должна:

- а) не подвергаться воздействию окружающей среды;
- б) иметь интенсивную окраску;
- в) иметь точный постоянный стехиометрический состав;
- г) иметь минимально возможную молекулярную массу;
- д) быть устойчивой к прокаливанию;
- е) иметь максимально возможную молекулярную массу.

6. Для получения крупнокристаллических осадков осаждение проводят:

- а) из концентрированных растворов;
- б) из горячих растворов;
- в) на холоду;
- г) при медленном прибавлении осадителя и непрерывном перемешивании;
- д) из разбавленных растворов;
- е) в присутствии веществ, повышающих растворимость осадка.

7. Гравиметрический множитель при определении $\text{Mg}(\text{II})$ в виде $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$:

- а) $\frac{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}{2M(\text{Mg}^{2+})}$; б) $\frac{M(\text{Mg})}{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}$;
- в) $\frac{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}{M(\text{Mg}^{2+})}$; г) $\frac{2M(\text{Mg})}{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}$.

8. Фактор эквивалентности $\text{Al}(\text{III})$ в реакции с ЭДТА:

- а) 1/6; б) 1; в) 1/2; г) 1/3; д) 1/4; е) 1/5.

9. Соответствие между кислотностью среды и состоянием ЭДТА:

- | | |
|--------------|--------------------------------|
| а) pH 2-3; | а) HY^{3-} ; |
| б) pH 7-9; | б) Y^{4-} ; |
| в) pH 4-5; | в) H_4Y ; |
| г) pH 10-12; | г) H_2Y^{2-} . |

10. Расположите вещества в порядке увеличения их растворимости в воде без учета протолиза аниона

- | | |
|-----------------------------|----------------|
| а) Ag_3PO_4 | $pK_s = 19,89$ |
| б) AgBr | $pK_s = 12,28$ |
| в) AgCl | $pK_s = 9,75$ |
| г) Ag_2SO_4 | $pK_s = 4,80$ |

Оценочные материалы в полном объеме содержатся в архивных материалах кафедры аналитической химии и в электронной образовательной среде.

Текущий контроль осуществляется на протяжении всего периода обучения по дисциплине в рамках организации и проведения практических занятий, лабораторных работ, самостоятельной работы студентов, сдачи модулей и оценивается баллах. Максимальный рейтинг по дисциплине «Аналитическая химия» составляет 4000 баллов: 2000 баллов приходится на 1-ю часть дисциплины – «Типы химических реакций и процессов. Методы обнаружения и идентификации, разделения и концентрирования» и 2000 баллов приходится на 2-ю часть – «Количественный анализ. Химические методы».

Рейтинг распределен по всем видам текущего контроля (текущий контроль – 1360 баллов) и промежуточную аттестацию (экзамен) – 640 баллов.

В таблице приведён пример распределения рейтинга по всем видам оценочных средств для 2-й части дисциплины.

Таблица. Рейтинг по курсу «Аналитическая химия. Часть II. Количественный анализ»

Контроль	Вид задания	Оценка задания балл	Кол-во заданий	Сумм. кол-во баллов
Текущий контроль	Лабораторные работы		8	240
	1. Гравиметрия. Определение Fe	25		
	2. Приготовление раствора HCl	20		
	3. Определение Na_2CO_3	30		
	4. Перманганатометрия	20		
	5. Бихроматометрия	30		
	6. Йодометрия (учеб. работа)	20		
	7. Комплексонометрия	15		
	8. Анализ реального объекта	80		
	Семинары	20	10	200
	Индивидуальные задания		5	120
	Инд. задание 1.1.	30		
	Инд. задания 2.1., 2.2.	30		
Инд. задания 3.1., 3.2	20			
Инд. задания 4.1., 4.2.	20			
Инд. задания 5.1., 5.2.	20			

	Модули		4	800
	1. Модуль1. (коллоквиум + контрольная работа)	100+100		
	2. Модуль2. (коллоквиум + контрольная работа)	100+100		
	3. Модуль3. (коллоквиум + контрольная работа)	100+100		
	4. Модуль 4. (коллоквиум + контрольная работа)	100+100		
Текущий контроль				1360
Промежуточная аттестация (экзамен)				640
Итого				2000

По всем видам оценочных средств работа считается принятой, если она выполнена не менее, чем на 60%.

Количество набранных баллов за каждый вид текущего контроля соответствует оценке с учетом следующих требований: оценка «5» – 90–100 % баллов; оценка «4» – 75–90 % баллов; оценка «3» – 60–75 % баллов от максимального числа баллов по данному виду работ.

Текущий контроль по курсу «Физико-химические методы анализа» осуществляется в форме коллоквиумов, отчетов по лабораторным работам, выполнению и защиты индивидуального задания.

Таблица. Рейтинг по курсу «Физико-химические методы анализа»

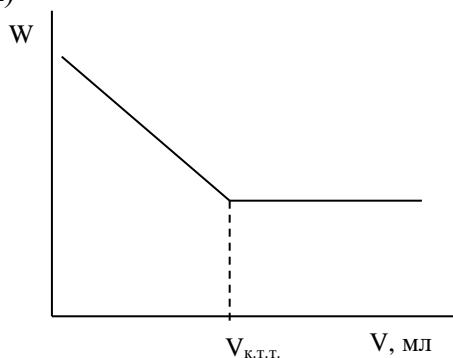
Контроль	Вид задания	Оценка задания балл	Кол-во заданий	Сумм. кол-во баллов
Текущий контроль	Лабораторные работы		5	250
	1. Определение содержания ионов цинка методом потенциометрического титрования	50		
	2. Определение содержания HCl методом кондуктометрического титрования	50		
	3. Определение содержания ионов (по выбору) с использованием ионоселективного электрода	50		
	4. Определение $S_2O_3^{2-}$ методом кулонометрии электрогенерированным йодом	50		
	5. Определение содержания йода методом амперометрического титрования с двумя поляризованными электродами	50		
	Коллоквиумы		4	200
	Прямая кондуктометрия и кондуктометрическое титрование Ионометрия и потенциометрическое титрование Амперометрия Кулонометрия	50 50 50 50		

	Индивидуальное задание	250	1	250
Текущий контроль				700
Итого				700

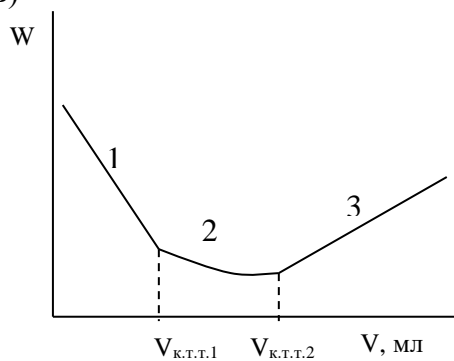
**Пример билета коллоквиума по курсу «Физико-химические методы анализа»
Кондуктометрия**

1. На чем основан метод кондуктометрического титрования?
2. От чего зависит электропроводность раствора?
3. Какой ток используют для кондуктометрических измерений?
4. Какие типы реакций можно использовать в кондуктометрическом титровании? Приведите примеры.
5. Укажите преимущества кондуктометрического титрования
6. Приведите примеры определения веществ методом кондуктометрического титрования, в результате которого получают следующие кривые титрования:

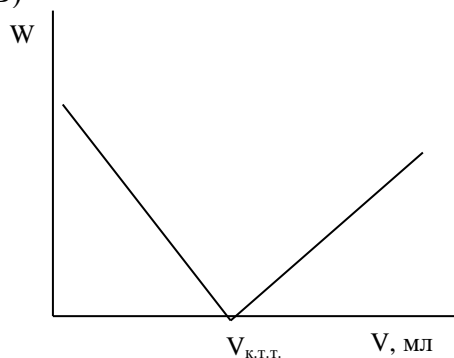
А)



Б)



В)



7. Предложите методики определения следующих веществ методом кондуктометрического титрования
- А) NaHCO_3
 - Б) Zn^{2+}
 - В) $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$

Пример индивидуального задания по курсу «Физико-химические методы анализа»

Проведите обоснование методик определения ионов Zn^{2+} методами потенциометрии, кондуктометрии, амперометрии с двумя поляризованными электродами и кулонометрии. При подготовке ответа необходимо представить уравнения процессов, протекающих в растворе и на электродах, объяснить вид кривых титрования в координатах аналитический сигнал – объем титранта (время электрогенерации).

3.Оценочные материалы итогового контроля (промежуточной аттестации) и критерии оценивания

Промежуточная аттестация по дисциплине «Аналитическая химия» проводится в формах: зачёт (2), курсовая работа и экзамен (2). Промежуточная аттестация по дисциплине «Физико-химические методы анализа» проводится в форме зачёта.

Зачет в третьем семестре по дисциплине «Аналитическая химия» студент получает при выполнении всех форм текущего контроля (семинарские занятия, лабораторные работы, сдача модулей (теоретические вопросы + решение задач)). При этом согласно модульно-рейтинговой системы оценки знаний студент должен иметь рейтинг по текущему контролю не менее 60% от 1360 баллов (816 баллов).

Экзамен в третьем семестре по дисциплине «Аналитическая химия» проводится в устной форме по билетам. Билет включает четыре теоретических вопроса и две задачи. Время для подготовки: 1,5 часа.

Зачет в четвертом семестре по дисциплине «Аналитическая химия» ставится студенту при выполнении всех форм текущего контроля (семинарские занятия, лабораторные работы, сдача модулей (теоретические вопросы + решение задач)). Согласно модульно-рейтинговой системы оценки знаний студент должен набрать по текущему контролю не менее 60% от 1360 баллов (816 баллов).

Курсовая работа в четвертом семестре представляется в виде отчёта и доклада с презентацией, оценивается в форме зачёта.

Экзамен в четвёртом семестре по дисциплине «Аналитическая химия» проводится в устной форме по билетам. Билет включает два теоретических вопроса и две задачи. Время для подготовки: 1,5 часа.

Текущий контроль по дисциплине «Аналитическая химия» влияет на промежуточную аттестацию. Студенты, набравшие от общего числа баллов за текущий контроль (1360 баллов) не менее 90% (1224 балла) и не менее 80% баллов за тестирование, получают оценку «отлично» без экзамена.

Студенты, набравшие в условиях модульной балльно-рейтинговой системы менее 90% (<1224 балла), получают зачёт и сдают экзамен.

Структура экзаменационного билета соответствует компетентностной структуре дисциплины. Теоретические задания проверяют РООПК 1.1, РООПК 1.2, РООПК 1.3, РООПК 2.2. Расчётные задания направлены на проверку компетенций РООПК 2.3, РООПК

3.2 и РОПК 1.2. Ответы предполагают решение задач и краткую интерпретацию полученных результатов.

Пример образца экзаменационного билета (3 семестр)

1. Классификация растворителей. Константа автопротолиза.
2. Закон действия масс, границы его применимости. Константа равновесия, равновесные концентрации.
3. Реакции комплексообразования в аналитической химии. Комплексы катионного и анионного типа. Номенклатура.
4. Напишите реакции группового реагента с ионами Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} .
5. Вычислите значение реального (формального) потенциала $E^{0'}$ в случае редокс-перехода $MnO_4^- + 5e + 8H^+ = Mn^{2+} + 4H_2O$ в растворе с рН 1 при ионной силе $I = 0,1$ ($E^0_{MnO_4^- / Mn^{2+}} = 1,51$ В).
6. Чему равны рН и емкость буферного раствора - π, состоящего из 0,1 М раствора фталевой кислоты $C_6H_4(COOH)_2$ и 0,05 М бифталата калия $C_6H_4(COOH)(COOK)$? ($K_{1,C_6H_4(COOH)_2} = 1,2 \cdot 10^{-3}$; $K_{2,C_6H_4(COOH)_2} = 3,9 \cdot 10^{-6}$).

Пример образца экзаменационного билета (4 семестр)

1. Почему комплексометрическое определение ионов Co^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} проводят в среде аммиачного буфера? Напишите химическую реакцию титрования катиона раствором ЭДТА в данных условиях (для любого катиона). Как влияет эта среда на величину скачка на кривой комплексометрического титрования? Ответ обоснуйте и проиллюстрируйте графическим рисунком.
2. Дана окислительно-восстановительная реакция: $NO_3^- + J^- + H^+ \Leftrightarrow NO + J_2 + H_2O$. Напишите полуреакции и расставьте коэффициенты в общей реакции. Определите $f_{экв}$ и эквиваленты участников реакции. Дайте название методу, в основе которого лежит данная реакция. Какой способ титрования при этом используется? Приведите формулу, по которой можно рассчитать содержание определяемого иона (г/л). Рассчитайте потенциал в точке эквивалентности.
3. Можно ли использовать индикатор 2-нитрофенол ($pT=4$) при титровании 0,05 М раствора NH_4OH 0,05 М раствором HCl , чтобы погрешность титрования не превышала $\pm 0,2\%$?
4. Во сколько раз растворимость $BaSO_4$ в дистиллированной воде больше, чем в промывной жидкости, приготовленной смешиванием 200 мл воды и 2 мл 1 М раствора H_2SO_4 ?

Балл, полученный за экзамен (максимально 640 баллов), складывается с суммой баллов, набранных за текущий контроль в семестре, и за результат тестирования, затем выставляется оценка в соответствии со шкалой (таблица) от максимального балла 2000 по всем видам контроля.

Итоговая шкала оценивания

Количество баллов	Оценка	Вывод о сформированных компетенциях
1800–2000	Отлично	Компетенции сформированы полностью
1500–1799	Хорошо	Компетенции сформированы частично
1200–1499	Удовлетворительно	Компетенции сформированы фрагментарно
<1200	Неудовлетворительно	Компетенции не сформированы

Курсовая работа связана с выполнением итоговой практической работы, посвящённой анализу реального объекта и направлена на формирование компетенций: РООПК 1.3, РООПК 2.2, РООПК 2.3, РООПК 3.2, РОПК 1.2 РОПК 2.1, РОПК 7.1.

Примеры реальных объектов для курсовых работ:

- 1) Природная вода (общая щёлочность, Cl^- -ионы, ХПК).
- 2) Природные воды (Ca^{2+} , Mg^{2+} (суммарно и по отдельности, фенол).
- 3) Почва (водная вытяжка: Cl^- , SO_4^{2-} , ΣCa^{2+} , Mg^{2+}).
- 4) Почва (гумус, кислотная вытяжка: Fe^{3+} , Al^{3+}).
- 5) Фармацевтический препарат (ферроплекс).
- 6) Вино (глюкоза, Ca^{2+} , Mg^{2+}).
- 7) Вино (свободные кислоты, соли, ΣCa^{2+} , Mg^{2+}).
- 8) Молоко (лактоза, Ca^{2+} , Mg^{2+}).
- 9) Карбонатные породы (влажность, Ca^{2+} , Mg^{2+} , CO_2).
- 10) Слав (на примере монет различного достоинства 1, 5, 10 руб).

Каждый студент получает/выбирает реальный объект (сплавы, минералы, почва, воды, пищевые продукты, фармацевтические препараты). При выполнении работы осуществляется деятельность, называемая методологической (упорядоченная в целостную систему с четко определенными характеристиками, логической структурой и процессом ее осуществления). Она включает в себя следующие операции: постановка цели, изучение литературы, формулировка задач исследования, выдвижение гипотез, моделирование ситуации (составление уравнений и проведение расчетов по ним), планирование экспериментальной работы, оценки полученных результатов с применением метода математической статистики и их обсуждение. Со многими из перечисленных стадий второкурсник встречается впервые (пробоотбор и пробоподготовка, выбор метода и методики, составление схемы анализа, оценка полученного результата).

Курсовая работа представляется в виде отчёта и доклада с презентацией, оценивается в форме зачёта.

Зачёт в четвертом семестре по дисциплине «**Физико-химические методы анализа**» ставится при выполнении всех элементов текущего контроля (выполнение лабораторных работ, сдача коллоквиумов, выполнение и защита индивидуального задания).

4. Оценочные материалы для проверки остаточных знаний (сформированности компетенций)

Тестовые задания

1. Для растворения 1,16 г иодида свинца PbI_2 потребовалось 2 л воды. Произведение растворимости данной соли равно (РООПК 1.1, РООПК 3.2):
А) $4 \cdot 10^{-11}$;
Б) $8 \cdot 10^{-9}$;
В) $4 \cdot 10^{-6}$;
Г) $5 \cdot 10^{-10}$.
2. Приготовили 0,02 М раствор KMnO_4 . Какую молярную концентрацию эквивалента будет иметь этот раствор в приведенной реакции (РООПК 1.1, РООПК 3.2):
$$5\text{Fe}^{2+} + \text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ = 5\text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$$

А) 0,02;
Б) 0,1;
В) 0,2;
Г) 1,0?
3. Какой объем KMnO_4 с $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,25$ моль/л потребуется для окисления в кислой среде 50 мл 0,2 М NaNO_2 по реакции (РООПК 1.1, РООПК 3.2):
$$\text{NaNO}_2 + \text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{NaNO}_3 + \text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$$

А) 40 мл;

- Б) 80 мл;
В) 120 мл;
Г) 29 мл?
4. Какие соединения можно количественно определять методом кислотно-основного титрования (РООПК 1.2):
А) натрия сульфид;
Б) натрия йодид;
В) калия хлорид;
Г) натрия гидрокарбонат?
5. В 1 л раствора содержится 0,001 моль CH_3COOH и 0,01 моль HCl . Величина pH данного раствора (РООПК 1.1, РООПК 3.2):
А) 3;
Б) 7;
В) 2;
Г) 5.
6. На устойчивость комплексного соединения $\text{Hg}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ влияет (РООПК 2.2):
А) pH;
Б) концентрация Hg^{2+} ;
В) концентрация NH_3 ;
Г) все перечисленные факторы.
7. Смесь Na_2CO_3 и NaOH титруют HCl с индикатором фенолфталеином. Что при этом оттитровывают (РООПК 2.2):
А) NaOH ;
Б) Na_2CO_3 до H_2CO_3 ;
В) NaOH и до H_2CO_3 ;
Г) NaOH и Na_2CO_3 до NaHCO_3 .
Д) нет верного ответа.
8. Как определяют количество электричества в кулонометрическом титровании (РООПК 1.1)
А) определяют произведение силы тока на время электрогенерации титранта до точки эквивалентности;
Б) определяют силу тока в ходе титрования;
В) определяют время к моменту скачка потенциала;
Г) определяют разность потенциалов в ходе электролиза;
Д) нет верного ответа.
9. Какая соль находилась в пробирке, если с NaOH образуется белый осадок, растворимый в избытке NaOH , с $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – белый осадок, а с BaCl_2 – белый осадок, нерастворимый в кислотах и щелочах (РООПК 1.3):
А) Na_3PO_4 ;
Б) ZnSO_4 ;
В) AgNO_3 ?
10. Определите значение pH раствора, содержащего 0,300 моль фосфорной кислоты и 0,200 моль дигидрофосфата натрия в 1,0 л ($K_{a1}(\text{H}_3\text{PO}_4) = 7,08 \cdot 10^{-3}$, $K_{a2}(\text{H}_3\text{PO}_4) = 6,17 \cdot 10^{-8}$, $K_{a3}(\text{H}_3\text{PO}_4) = 4,68 \cdot 10^{-13}$) (РООПК 1.3):
А) 1,97;
Б) 7,03;
В) 7,39;
Г) 2,33.
11. Величина pH в точке эквивалентности меньше 7 при титровании (РООПК 1.3):
А) сильной кислоты сильным основанием;
Б) слабого основания сильной кислотой;

- В) сильного основания сильной кислотой;
 Г) слабой кислоты сильным основанием.
12. Растворимость в воде (моль/л) какого из перечисленных ниже сульфидов будет максимальна (РООПК 1.1, РООПК 3.2):
 А) HgS ($K_S^\circ = 1,4 \cdot 10^{-45}$);
 Б) Ag_2S ($K_S^\circ = 7,2 \cdot 10^{-50}$);
 В) Sb_2S_3 ($K_S^\circ = 2,2 \cdot 10^{-90}$);
 Г) Bi_2S_3 ($K_S^\circ = 8,9 \cdot 10^{-105}$)?
13. Какая полуреакция соответствует процессу перманганатометрического определения в нейтральной или слабощелочной среде (РООПК 1.3):
 А) $\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\bar{e} = \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$;
 Б) $\text{MnO}_4^- + 4\text{H}^+ + 3\bar{e} = \text{MnO}_2\downarrow + 2\text{H}_2\text{O}$;
 В) $\text{MnO}_4^- + 2\text{H}_2\text{O} + 3\bar{e} = \text{MnO}_2\downarrow + 4\text{OH}^-$;
 Г) $\text{MnO}_4^- + \bar{e} = \text{MnO}_4^{2-}$?
14. Раствор H_2SO_4 приготовили разбавлением 8,5 мл концентрированного раствора серной кислоты с плотностью $\rho=1,640$ г/мл ($C(\text{H}_2\text{SO}_4) = 12,13$ М) до 500 мл водой. Какова молярная концентрация полученного раствора (РООПК 1.1, РООПК 3.2):
 А) 0,1031 М;
 Б) 0,21 М;
 В) 0,2062 М;
 Г) 0,206 М?
15. Молярная масса эквивалента фосфорной кислоты при титровании ее стандартным раствором NaOH с индикатором фенолфталеином ($\text{pT} = 9$) (РООПК 2.2):
 А) $\frac{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}{3}$;
 Б) $M(\text{H}_3\text{PO}_4)$;
 В) $\frac{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}{2}$;
 Г) $2M(\text{H}_3\text{PO}_4)$.

Информация о разработчиках

Скворцова Лидия Николаевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии, доцент

Шелковников Владимир Витальевич, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии, доцент