

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана

А. С. Князев

Оценочные материалы по дисциплине

Электрохимические методы анализа

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

Томск – 2024

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

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

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

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-6. Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

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

РОПК 1.1 Умеет разрабатывать стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

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 6.1 Умеет выполнять стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства

## **2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания**

Элементы текущего контроля:

- экспресс-тест;
- контрольная работа;
- коллоквиум;
- индивидуальные задания;
- кейсы.

С целью активизации учебной и научной работы студентов, формирования индивидуального подхода к процессу получения знаний курс «Электрохимические методы анализа» строится на рейтинговой системе, которая основана на систематическом поэтапном изучении теоретического материала курса, выполнении индивидуальных и лабораторных работ и последующей защите полученных знаний на коллоквиуме.

Условия рейтинговой системы оценки

1. По рейтинговой системе оцениваются все виды работ: индивидуальные задания, лабораторные работы, лекционные экспресс-опросы, коллоквиумы.
2. По решению Ученого Совета ХФ посещение лекций обязательно для всех студентов. Студент, пропустивший лекцию, обязан в часы консультаций преподавателя защитить самостоятельно изученный материал.
3. Оценка лабораторной работы складывается из подготовки студента к работе (обязательное собеседование перед работой), организации и правильности ее выполнения, качества оформления отчета и его защиты.
4. Индивидуальные задания, отчеты по лабораторным работам и коллоквиумы студент должен сдать не позднее указанных в учебном плане сроков. Работы, сданные позднее указанного срока, оцениваются с понижающим коэффициентом 0.8.
5. Работа или ее раздел считается принятой, если она выполнена не менее, чем на 60%.
6. Студент, набравший не менее 90 % от общего числа баллов за текущий и промежуточный контроль (сумма баллов 1000, 90%=900 баллов), получает оценку «отлично» без сдачи итогового экзамена.
7. За оригинальность выполнения работы предусматривается поощрительный балл.

### План лабораторных занятий (36 часов)

№ п/п	Тема занятия	Часы	Баллы
1.	<b>Вводная беседа</b>	1	
2.	<b>Потенциометрия и потенциометрическое титрование.</b> Потенциометрическое титрование $I^-$ и $Cl^-$ -ионов при совместном присутствии.	4	40
3.	Потенциометрические измерения с ион – селективными электродами. (Определение $O_3^-$ , $V^-$ , $F^-$ , $Cl^-$ , $NH_4$ , $Ca^{2+}$ , $Mo^{2+}$ ). Определение коэффициента селективности ион – селективного электрода.	4	30
4.	<b>Кулонометрическое титрование</b> Определение $Zn^{2+}$ методом кулонометрического титрования электрогенерированным $Fe(C)_6^{4-}$ . Сравнение различных способов индикации точки эквивалентности (химический, амперометрический, потенциометрический). Определение фенолов.	4	30
5.	Амперометрическое титрование с одним поляризованным электродом Определение цинка на Pt – вращающемся электроде методом амперометрического титрования.	4	35
6.	<b>Классическая полярография</b> Техника полярографического анализа. Исследование уравнения Ильковича. Построение калибровочного графика. Анализ неизвестного раствора методом полярографии. Полярографический спектр.	6	50
7.	Определение координационного числа и константы нестойкости иодидного комплекса кадмия (расчетная задача).	3	20
8.	<b>Инверсионная вольтамперометрия</b> Техника ИВ – анализа. Изучение различных способов устранения остаточного тока, обусловленного присутствием растворенного кислорода. Изучение влияния потенциала, времени электролиза, концентрации ионов на величину анодных пиков определяемых ионов. Анализ неизвестного образца на содержание тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперометрии.	6	35
9.	<b>Индивидуальное задание</b> Выбор и обоснование методики анализа. Анализ реального объекта электрохимическими методами.	4	70

### КОЛЛОКВИУМЫ

№ п/п	Т е м а	Срок сдачи (нед)	Баллы
1.	Электрохимические методы, не связанные с поляризацией электродов. Потенциометрия, кондуктометрия.	4,5	120
2.	Электрохимическая кинетика. Концентрационная, электрохимическая, фазовая поляризация. Методы электролиза и кулонометрии.	8,9	175
3.	Вольтамперометрические методы анализа	16	175

#### ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ

№ п/п	Т е м а	Срок сдачи (нед)	Баллы
1.	Кондуктометрические методы анализа.	2,3	30
2.	Потенциометрические методы анализа. Ионметрия.	4,5	40
3.	Электролиз и кулонометрический анализ.	7,8	30
4.	Вольтамперометрические методы анализа. Амперометрическое титрование.	15	60

#### ЛЕКЦИОННЫЙ ЭКСПРЕСС-КОНТРОЛЬ

№ п/п	Т е м а	Баллы
1.	Потенциометрические методы анализа. Ионметрия.	30
2.	Электролиз и кулонометрический анализ.	30
3.	Вольтамперометрические методы анализа. Амперометрическое титрование.	30

#### Вопросы для подготовки к коллоквиуму 3 по теме «Вольтамперометрические методы анализа», проводимому в форме деловой игры (РООПК 1.1, РООПК 1.2, РООПК 2.2, ПК 1.2)

1. Амперометрическое титрование с одним поляризованным электродом
2. Классическая полярография
3. Осциллографическая вольтамперометрия
4. Инверсионная вольтамперометрия на ртутных электродах
5. Переменноточковая вольтамперометрия
6. Циклическая вольтамперометрия
7. Квадратно-волновая вольтамперометрия
8. Импульсная нормальная вольтамперометрия
9. Импульсная дифференциальная вольтамперометрия
10. Инверсионная вольтамперометрия на твердых электродах
11. Линейная диффузия к растущему капельному электроду
12. Следствия из уравнения Ильковича
13. Уравнение обратимой полярографической волны
14. Уравнение необратимой полярографической волны
15. Определение координационного числа и константы нестойкости комплексных ионов методом классической полярографии
16. Определение константы нестойкости комплексных ионов методом амперометрического титрования
17. Емкостный ток. Электрокапиллярная кривая
18. Миграционный ток. Причины возникновения. Способы устранения влияния миграции на величину предельного тока.
19. Полярографические максимумы, их типы. Причины возникновения и способы устранения
20. Уравнение диффузионного тока к сферическому электроду

21. Параметрическая теория метода инверсионной вольтамперометрии
22. Определение произведения растворимости по кривым амперометрического титрования
23. Влияние концентрации ионов, времени электролиза, объема анализируемого раствора и ртутной капли на величину анодного тока в методе инверсионной вольтамперометрии
24. Факторы, влияющие на разрешающую способность метода инверсионной вольтамперометрии
25. Факторы, влияющие на потенциал пика в методе инверсионной вольтамперометрии
26. С помощью поляризационных кривых объясните вид кривой амперометрического титрования

**Примеры билетов коллоквиума по теме «Электрохимические методы анализа, не связанные с поляризацией электродов» (РООПК 1.1, РООПК 1.2, РООПК 2.2, ПК 1.2)**

### **БИЛЕТ 1**

1. Термодинамический вывод уравнения Нернста
2. Применение кондуктометрических методов для физико-химических методов исследования (на одном из методов остановиться подробнее).
3. Эквивалентная электропроводность  $1,03 \cdot 10^{-3}$  М раствора уксусной кислоты при  $25^\circ\text{C}$  равна  $48,15 \text{ СмГ-экв}^{-1}\cdot\text{см}^2$ . Определить константу диссоциации уксусной кислоты, если электропроводность уксусной кислоты при бесконечном разбавлении равна  $390,6 \text{ СмГ-экв}^{-1}\cdot\text{см}^2$ .
4. На сколько мВ изменится потенциал водородного электрода относительно насыщенного каломельного, если к 50 мл 0,1 М раствора HCl прилить 20 мл 0,2 М раствора аммиака. Температура опыта  $25^\circ\text{C}$ .

### **Примеры кейсов**

Предложите и дайте теоретическое обоснование методик определения ионов  $\text{Fe}^{2+}$  методами потенциометрического, амперометрического с двумя и с одним поляризованными электродами, кондуктометрического и кулонометрического титрования. При обосновании методик:

- методом потенциометрического титрования проведите расчет потенциала в точке эквивалентности и величины скачка на кривой титрования;
- методом амперометрического титрования вид кривой объясните на основании поляризационных кривых;
- методом кондуктометрического титрования вид кривых объясните на сопоставлении подвижностей ионов;
- методом кулонометрического титрования предложите методы фиксирования конечной точки титрования.

### **Примеры тестовых заданий для лекционного экспресс-контроля**

Укажите правильный ответ

1. Для кислородного электрода уравнение Нернста при стандартных условиях имеет вид:  
 А)  $E = E^0 - 0,059 \lg a_{\text{OH}^-}$

$$\text{Б) } E = E^0 + \frac{0,059}{2} \lg \frac{a_{O_2}}{a_{OH^-}^4}$$

$$\text{В) } E = E^0 + \frac{0,059}{4} \lg \frac{a_{OH^-}^4}{a_{O_2} a_{H_2O}}$$

$$\text{Г) } E = E^0 - 0,059 pH$$

2. При потенциометрическом титровании ионов  $Fe^{2+}$  раствором  $K_2Cr_2O_7$  в качестве индикаторного электрода следует использовать:

А) хлоридсеребряный электрод

Б) платиновый электрод

В) ртутный пленочный электрод

Г) каломельный электрод

### Примеры индивидуальных заданий (РООПК 1.1, РООПК 1.2, РООПК 2.2, ПК 1.2)

Объясните вид кривых титрования для следующих систем

Вариант	Определяемое вещество	Титрант
1	$H_3PO_4$	NaOH
2	NaOH+ $NH_4OH$	HCl
3	$Cu(NO_3)_2$	KOH
4	$K_4[Fe(CN)_6]$	$Pb(NO_3)_2$
5	$Ca(NO_3)_2$	$Na_2Y$ (ЭДТА)
6	$Zn(NO_3)_2$	NaOH
7	$Na_2CO_3$	HCl
8	$CH_3COOH$	NaOH
9	$AlCl_3$	NaOH
10	$HCOOH+NH_4Cl$	NaOH
11	$HCl+FeCl_3$	KOH
12	$NiCl_2$	$NH_4OH$

Вычислить потенциал металлического электрода относительно электрода сравнения при условиях, приведенных

Вариант	Электроды	Объем электролита, мл	Растворенное вещество и его количество	Температура, °С	Электрод сравнения
1	Медный	1000	$CuSO_4$ , 16 г	18	водородный
2	Цинковый	500	$ZnSO_4$ , 0.1 г-экв	18	Каломельный, 0.1 Н
3	Никелевый	1000	$NiCl_2$ , 0.5 г-экв	30	Каломельный насыщ.
4	Алюминиевый	200	$AlCl_3$ , 27 г	30	Каломельный насыщ.
5	Серебряный	400	$AgNO_3$ , 0.2 г-экв	25	Каломельный 1 Н
6	Кадмиевый	1000	$Cd(NO_3)_2$ , 18.8 г	25	водородный

7	Железный	100	FeSO <sub>4</sub> ×7H <sub>2</sub> O, 20.5г	30	Каломельный, 0.1 Н
8	Кобальтовый	200	CoCl <sub>2</sub> , 0.5 г-экв	25	Хлоридсеребряный 1Н КСl
9	Ртутный	500	Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , 46 г	20	водородный
10	Свинцовый	250	Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , 0.2 М	25	Каломельный насыщ.
11	Оловянный	1000	SnCl <sub>2</sub> , 59 г	30	Хлоридсеребряный 0.1 Н
12	Хромовый	300	Cr(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> , 1 М	20	водородный

Определите содержание указанного иона (в мг) методом кулонометрического титрования при постоянной силе тока.

Таблица 3.2.

Вариант	Определяемый ион или вещество	Генерируемый ион или вещество	Сила тока, мА	Время, мин
1	Fe <sup>2+</sup>	Br <sub>2</sub>	100	3,5
2	H <sup>+</sup>	ОН <sup>-</sup>	300	5
3	Se(IV)	Г <sup>-</sup>	200	7
4	Mo(V)	Fe <sup>2+</sup>	150	15
5	BO <sub>3</sub> <sup>3-</sup>	ОН <sup>-</sup>	100	10
6	Пиридин	H <sup>+</sup>	120	5,5
7	Теобромин	Г <sup>-</sup>	250	3
8	Zn <sup>2+</sup>	K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]	300	4,1
9	CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Cu <sup>+</sup>	250	2
10	Г <sup>-</sup>	Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup>	180	3,5
11	AsO <sub>3</sub> <sup>3-</sup>	Br <sub>2</sub>	240	4
12	[Fe(CN) <sub>6</sub> ] <sup>4-</sup>	MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	300	2

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

Экзамен в седьмом семестре проводится в устной форме по билетам. Экзаменационный билет состоит из трех частей. Продолжительность экзамена 2 часа.

Структура экзамена соответствует компетентностной структуре дисциплины.

Первая часть представляет собой тест из 20 вопросов, проверяющих РООПК-1.3, РОПК-1.2. Ответы на вопросы первой части даются путем выбора из списка предложенных.

Вторая часть содержит три вопроса, проверяющие РООПК-1.1, РООПК-1.2, РООПК-2.1, РООПК-2.2, РОПК-1.1, РОПК-6.1 Ответ на вопрос второй части дается в развернутой форме.

Третья часть содержит 2 задачи, проверяющих РООПК-2.3, ИПК-1.1. Ответы на вопросы третьей части предполагают решение задач и краткую интерпретацию полученных результатов.

Примеры тестовых заданий, размещенных в УМК «Электрохимические методы анализа»

The screenshot shows a web browser window titled "ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА - Mozilla Firefox". The address bar shows the URL "http://do.tsu.ru/top\_res1/electrohimetod/". The page content includes a navigation menu on the left and a main area with a question. The question is "Вопрос 1 из 20" and asks for the correct reaction type for the conductometric determination of formic acid. The options are: Окисления-восстановления, Комплексообразования, Нейтрализации, and Осаждения. The correct answer is "Нейтрализации".

The screenshot shows a web browser window titled "ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА - Mozilla Firefox". The address bar shows the URL "http://do.tsu.ru/top\_res1/electrohimetod/". The page content includes a navigation menu on the left and a main area with a question. The question is "Вопрос 16 из 20" and asks to restore the sequence of substances that can be selectively determined by electrogravimetry. The options are: Au, Mn, Fe, and Cu. The correct answer is "Au".

## Примеры экзаменационных билетов

### Экзаменационный билет № 2

1. Способы определения конечной точки титрования в методе потенциометрического титрования.
2. Ток обмена. Кинетический вывод уравнения Нернста.
3. Полярографическое восстановление комплексных ионов. Определение координационного числа и константы нестойкости комплекса методом классической полярографии.
4. Навеску сплава 0,4923 г растворили и через полученный раствор в течение 7 минут пропускали ток 0,4 А, в результате чего на катоде полностью выделился никель. Определите процентное содержание никеля в сплаве, если выход по току составил 80 %.
5. С помощью поляризационных кривых объясните вид кривой амперометрического титрования с двумя поляризованными электродами I<sub>2</sub> раствором Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### Экзаменационный билет № 14

1. Следствия из уравнения Ильковича.
2. Требования, предъявляемые к мембранам, используемым в качестве чувствительных элементов в твердых и жидкостных ионоселективных электродах.
3. Электрохимическая поляризация. Уравнение Тафеля.
4. Проведите обоснование методики определения цинка методом потенциометрического титрования.
5. При определении содержания фторид-ионов методом добавок, в стакан для измерения было помещено 40 см<sup>3</sup> сточной воды. Значение потенциала фторид-селективного электрода оказалось равным 244 мВ. К анализируемому раствору добавили 3 см<sup>3</sup> стандартного раствора с концентрацией 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, при этом значение потенциала оказалось равным 147 мВ. Определите содержание фторид-ионов в анализируемой воде.

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Каждый вопрос оценивается баллами. Баллы, полученные на экзамене суммируются с баллами, полученными в течение семестра. Если студент набрал более 90% баллов от максимально возможного, оценка «Отлично», от 75 до 89% - оценка «Хорошо», от 60 до 74% - оценка «Удовлетворительно».

### Информация о разработчиках

Шелковников Владимир Витальевич, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, заведующий кафедрой.

Носкова Галина Николаевна, д-р. хим. наук, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, профессор