

ЛЕКЦИЯ 1

- Как формируется оценка по курсу «Аналитическая химия».
- Что такое аналитическая химия и ее место в современном мире.
- Химические методы анализа: основные понятия и принципы.
- Классический сероводородный анализ.

Система ИКИ

- *Лекции*
- *Контрольные экспериментальные задачи (КЗ) – 13*
- *Курсовая работа*
- *Контрольные вопросы (КВ)*
- *Домашние задания (ДЗ) – 3*
- *Домашние контрольные задания (ДКЗ) + коллоквиумы – 3*
- *Контрольные работы (КР) – 3*
- *Зачет (≥ 1200 б)*
- *Экзамен (400 б, письменный)*
- *Лабораторный журнал (20 б)*

Экспериментальная часть – 1100 б

Теоретическая часть – 900 б (ДКЗ – 300 б, КР – 600 б)

МОДУЛЬ 1		МОДУЛЬ 2		МОДУЛЬ 3	
max баллов	получено	max баллов	получено	max баллов	получено
К31 80		К36 70		К39 70	
К32 100		К37 80		К310 70	
К33 20		К38 80		К311 50	
К34 110		ДК3 100		К312 70	
К35 80		КР2 190		К313 60	
ДК3 100				ДК3 100	
КР1 190				КР3 220	
680		520		640	

КУРСОВАЯ РАБОТА

	эксперимент	оформление	защита	Сумма
max баллов	110	30	20	160
получено				

Ведение лабораторного журнала _____ баллов (max 20)

- Максимальное число баллов – 2000.
- Для получения зачета надо набрать ≥ 1200 баллов.
- Критерии получения оценки по результатам семестра:
 - 1700 баллов и более – «отлично»,
 - 1500 – 1699 баллов – «хорошо»,
 - 1300 – 1499 баллов – «удовлетворительно».
- Экзамен – 400 баллов. Если баллы, полученные студентом на экзамене, превышают 100, то они прибавляются к баллам, заработанным в семестре. Критерии выставления оценки:
 - 1850 баллов и более – «отлично»,
 - 1600 – 1849 баллов – «хорошо»,
 - 1400 – 1599 баллов – «удовлетворительно»,
 - менее 1399 баллов – «неудовлетворительно».
- Переэкзаменовка - для тех, кто имеет «2». Повышение оценки (с «3», «4») подразумевает сдачу экзамена не ранее, чем через 1 год.
- Стипендия им. А.В. Николаева (II,III курс): во всех практикумах и теоретических модулях (без экзамена) – «5».

Основная литература

1. *Кристиан Г.* Аналитическая химия: в 2 т., 2009.
2. Основы аналитической химии: в 2 кн. / Под ред. Ю. А. Золотова
3. *Жебендяев А. И., Жерносек А. К., Талуть И. Е.* Аналитическая химия. Химические методы анализа, 2010.
4. *Лавренова Л. Г., Миронов И. В., Федотова Т. Д. и др.* Основы аналитической химии, 2005.
5. *Притчина Е. А., Лавренова Л. Г., Федотова Т. Д.* Химические методы анализа. Практикум по аналитической химии, 2014.
6. *Притчина Е. А., Лавренова Л. Г., Федотова Т. Д.* Химические методы анализа. Курсовые работы и итоговые задачи, 2014.
7. *Лурье Ю. Ю.* Справочник по аналитической химии, 2008.
8. *Миронов И. В., Лавренова Л. Г., Притчина Е. А., Берус Е. И.* Справочные данные для расчетов в аналитической химии, 2014.

K. Cammann “Analytical Chemistry - today's definition and interpretation”

Chair of Analytical Chemistry, Institute of Chemical and Biochemical Sensor Research, Federal Republic of Germany, Fresenius J. Anal. Chem. (1992) 343:812--813

- *“Analytical Chemistry is defined as the self-reliant, chemical sub-discipline which develops and delivers appropriate methods and tools to gain information on the composition and structure of matter... “*
- *“The Analytical Chemist is specialized in providing reliable methods and tools for answering four basic questions about a material sample: **What? Where? How much? What arrangement, structure or form?**”*
- *“It is not the duty of the Analytical Chemist to run everyday routine analyses, which can be performed by technicians or scientists needing those analytical chemical results in their special research areas. However, **to control the quality of routine analysis the Analytical Chemist has to develop socalled good laboratory practice to check the reliability of the results...**”*
- *“Therefore the state of the art in the field of Analytical Chemistry has a strong impact on other scientific disciplines. Without the cognitive feedback of analysis, **no synthesis, no high-tech process, or pollution control actions are possible.**”*
- *“Because nearly a third of all chemists work in the field of Analytical Chemistry, it should be taught at a sufficient level at every University which has a Chemistry Department...”*

Аналитическая химия – наука о методах и средствах химического анализа.

Техника и методы аналитической химии используются для идентификации и определения относительных количеств компонентов в пробе исследуемого вещества.

Идентификация – качественный анализ.

Определение – количественный анализ.

Результаты качественного и количественного анализа должны быть достоверными.

Задачи, которые решает аналитическая химия:

- поиск новых, улучшенных средств определения химического состава различных материалов;*
- повышение надежности существующих технологий, чтобы удовлетворить все возрастающие требования к качеству измерений;*
- адаптация существующих методик к новым типам материалов.*

Аналитическая служба – сервисная служба, обеспечивающая конкретный анализ определенных объектов с использованием методов, рекомендованных аналитической химией.

Области применения:

- *химическая промышленность (неорганический и органический синтез),*
- *металлургия,*
- *сельскохозяйственный анализ,*
- *пищевой анализ,*
- *биохимический анализ,*
- *санитарно-химический анализ,*
- *токсикологический анализ,*
- *судебно-химический анализ,*
- *фармацевтический анализ.*

Классификация методов химического анализа

Макрокомпоненты – 1-100%, микрокомпоненты – 0,01-1%,
следовые компоненты – <0,01%.

Минимальная погрешность определения:

макрокомпоненты – 0,1%, микрокомпоненты – 1%.

Содержание следовых компонентов часто выражают в

единицах: 1 ppm (part per million) = $1/10^6$ ($10^{-4}\%$),

1 ppb (part per billion) = $1/10^9$ ($10^{-7}\%$),

1 ppt (part per trillion) = $1/10^{12}$ ($10^{-10}\%$).

По способу получения аналитического сигнала:

- химические ($>10^{-1}\%$),
- физико-химические ($10^{-1} - 10^{-4}\%$),
- физические ($<10^{-4}\%$),
- биологические.

По цели исследования:

- молекулярный анализ,
- элементный анализ,
- фазовый анализ,
- функциональный анализ,
- изотопный анализ.

По количеству определяемого компонента

метод	количество вещества, г
макроанализ	10 - 1 (грамм-метод)
<i>полумикроанализ</i>	<i>0,5 - 0,01 (сантиграмм-метод)</i>
микроанализ	10^{-3} - 10^{-6} (миллиграмм-метод)
ультрамикроанализ	10^{-6} - 10^{-9} (микрограмм-метод)
субультрамикроанализ	10^{-12} (пикограмм-метод)

Основные понятия аналитической химии:

- *анализ: качественный, количественный,*
- *аналитический сигнал,*
- *аналитическая реакция,*
- *аналитический реагент.*

Требования, предъявляемые к аналитическому сигналу:

- *воспроизводимость,*
- *способ измерения интенсивности сигнала,*
- *известная связь интенсивности сигнала с количеством определяемого компонента,*
- *экстенсивность.*

В гравиметрии аналитический сигнал – выпадение осадка, масса осадка – его интенсивность.

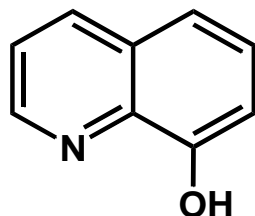
В титриметрии аналитический сигнал – изменение цвета индикатора, объем титранта в конечной точке – его интенсивность.

Признаки аналитических реакций :

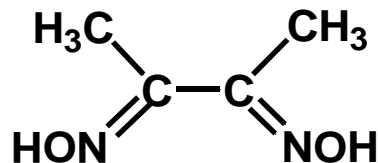
- *строго регламентированные условия выполнения,*
- *определяемые и мешающие компоненты,*
- *интервал содержания определяемого компонента.*

Аналитические реагенты по избирательности делятся на:

- *групповые* (S^{2-} , OH^- , CO_3^{2-} и т.п., 8-оксихинолин),



- *селективные* (диметилглиоксим - на Ni(II) и Pd(II)),

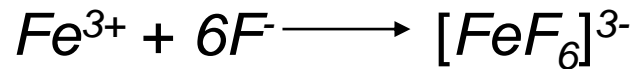


- *специфические* (крахмал - реагент на иод).

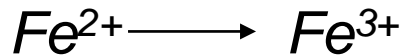
Способы устранения мешающего влияния

❖ *Маскирование – повышение чувствительности метода за счет снижения равновесной концентрации мешающего компонента.*

- *Изменение pH*
- *Комплексообразование с посторонним лигандом*



- *Изменение степени окисления*



❖ *Разделение – удаление мешающего или определяемого компонента в другую фазу.*

- *Осаждение*
- *Экстракция*
- *Хроматография*
- *Дистилляция*

Квалификация химических реактивов

Низшая квалификация реактива.

Содержание основного вещества — 98% и выше.

Чистый (Ч) *Содержание примесей или нелетучего остатка составляет 0,01—0,5%, остаток после прокаливания — до 0,5%.*

Реагенты такой квалификации используют в аналитической практике.

Чистый для анализа (ЧДА) *Содержание основного вещества – не менее 99%. Основной показатель реактива – содержание отдельных примесей не должно превышать допустимого предела, позволяющего проводить точные аналитические исследования.*

Высшая степень чистоты химических реагентов.

Химически чистый (ХЧ) *Содержание основного вещества более 99%. Содержание отдельных примесей колеблется от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ %, нелетучего остатка – до 0,1%, остаток после прокаливания – менее 0,1%.*

Квалификация высокочистых веществ

Высокочистыми называют вещества с наименьшей суммарной концентрацией примесей, которые удалось идентифицировать и определить.

Эталонно чистый (ВЭЧ)	<i>Содержание основного вещества более 99%. Минимальное содержание нежелательных примесей (в зависимости от назначения эталона).</i>
Особо чистый (ОСЧ)	<i>Содержание основного вещества более 99,9%. Минимальное содержание отдельных примесей (от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-10}\%$) и максимально допустимая сумма определяемых примесей.</i>

Различные области применения химических реактивов налагают особые ограничения на содержание примесей, в связи с чем имеются *специальные виды квалификаций*: "спектрально ч.", "для хроматографии" и др.

МЕТОД И МЕТОДИКА АНАЛИЗА

Метод анализа – это определение принципов, лежащих в основе анализа, безотносительно к определяемому компоненту (аналиту) и анализируемому объекту.

Например: гравиметрия, титриметрия.

Методика анализа включает в себя адаптацию метода, чтобы он стал селективным по отношению к заданному аналиту.

Например: определение кальция(II) методом комплексонометрического титрования.

Пропись представляет собой подробное описание всех условий и операций проведения анализа конкретного объекта.

Например: определение кальция(II) в фармацевтических препаратах методом комплексонометрического титрования.

ЭТАПЫ АНАЛИЗА

1. Выбор метода и методики анализа:

- *содержание компонента,*
- *избирательность метода,*
- *необходимая точность,*
- *время (экспрессность),*
- *стоимость анализа.*

2. Отбор пробы:

- *представительность,*
- *устойчивость,*
- *отсутствие загрязнений,*
- *количество, достаточное для проведения анализа.*

3. Обработка пробы.

4. Устранение мешающего влияния компонентов.

5. Измерение количества компонента.

6. Математическая обработка результатов анализа.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ КОМПОНЕНТОВ: систематический и дробный анализ

Основные требования к групповому реагенту:

- *количественное осаждение всех катионов данной группы,*
- *получение осадка, легко растворимого в кислотах,*
- *избыток реагента не должен мешать ходу анализа,*
- *стоимость реагента.*

Классификация катионов (сероводородная схема)

- **I группа** (*группового реагента нет*): Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} и др.;
- **II группа** ($(NH_4)_2CO_3$): Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} и др.;
- **III группа** ($(NH_4)_2S$ в присутствии аммиачного буфера с $pH = 9$): Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} и др.
- **IV группа** (H_2S в соляной кислоте):
 - I подгруппа**: Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} и др. (*сульфиды не растворимы в $(NH_4)_2S_n$*),
 - II подгруппа**: As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} и др. (*сульфиды растворимы в $(NH_4)_2S_n$ с образованием тиосолей*);
- **V группа** (HCl): Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} и др.

Сероводородная схема анализа

