

ГОУ ВПО РОССИЙСКО-АРМЯНСКИЙ (СЛАВЯНСКИЙ) УНИВЕРСИТЕТ

Составлена в соответствии с государственными требованиями к минимуму содержания и уровню подготовки выпускников по указанному направлению 33.05.01 Фармация и Положением РАУ о порядке разработки и утверждения учебных программ.



УТВЕРЖДАЮ:

Директор ИБМиФ
Аракелян А.А.

“ 24 ” 06 2021 г.

Институт: Институт биомедицины и фармации

Кафедра: Общей и фармацевтической химии

Специальность Медицинская биохимия

Автор: кандидат химических наук, доцент Дарбинян Грануш Гербертовна

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ДИСЦИПЛИНЫ

Дисциплина: Неорганическая и аналитическая химия

ЕРЕВАН

1. Аннотация

1.1 Перечень и структура элементов, составляющих УМКД

1.2 Требования к исходным уровням знаний и умений студентов для прохождения дисциплины*

2. Учебная программа

2.1 Цель и задачи дисциплины

2.2 Требования к уровню освоения содержания дисциплины

2.3 Трудоемкость дисциплины и виды учебной работы (в академических часах и кредитах)

2.4 Содержание дисциплины

2.4.1 Разделы дисциплины с указанием видов занятий (лекции, семинарские и практические занятия, лабораторные работы) и их трудоёмкость в академических часах и кредитах

2.4.2 Краткое содержание разделов дисциплины в виде тематического плана.

2.5 Материально-техническое обеспечение дисциплины

2.6 Модульная структура дисциплины с распределением весов по формам контролей

2.7 Формы и содержание текущего, промежуточного и итогового контролей

3. Теоретический блок

3.1 Материалы по теоретической части курса

3.1.1 Учебник(и)

3.1.2. Электронные материалы (электронные учебники, учебные пособия, курсы и краткие конспекты лекций, презентации РРТ и т.п.)¹

4. Практический блок

4.1. Планы лабораторных работ и практикумов**

4.2. Образец варианта практической работы по теме хроматография

4.3. Образец варианта практической работы по теме хроматография

4.4. Образцы экзаменационных практических заданий*

5. Блок ОДС и КИМ

5.2 Образцы вариантов контрольных работ, тестов и/или других форм текущих и промежуточных контролей**

5.3 Образцы экзаменационных билетов**

5.4. Образцы экзаменационных практических заданий*

5.5. Банк тестовых заданий для самоконтроля**

6. Методический блок

6.1 Методика преподавания

6.2. Методические рекомендации для студентов

6.3. Методические указания по организации самостоятельной работы студентов при изучении конкретной дисциплины

6.4. Методические указания по подготовке к семинарским, практическим или лабораторным занятиям

¹ Должен быть хотя бы один вид электронных материалов, указанных в п. 4.1.5.

1.2 Требования к исходным уровням знаний и умений студентов.

Углубленное изучение ВУЗ-овского курса „Аналитическая химия” основывается на базе знаний, полученных в пределах школьного курса химии и которые дополняются при усвоении в университете углубленного курса по общей и неорганической химии.

2. Учебная программа

2.1 Цель и задачи дисциплины

Цель:

- научить студентов применять теоретические и практические знания по аналитической химии к решению вопросов, связанных с анализом смеси веществ, изучением реакций катионов и анионов, для их разделения и выделения
- использовать знания по аналитической химии проведения качественного и количественного анализа.

Задачи дисциплины:

закключаются в изучении

- типов химических реакций и процессов, применяемых в аналитической химии;
- методов обнаружения и идентификации атомов, ионов и веществ;
- методов выделения, разделения и концентрирования;
- хроматографических, титриметрических, электрохимических и спектроскопических методов анализа;
- современной классификации катионов и анионов;

Задачи лабораторных работ:

- научить студента обращаться с химической посудой .
- научить соблюдать технику безопасности работы в химической лаборатории и уметь дать экспериментальное обоснование теоретических вопросов аналитической химии;
- обучить студентов анализировать смеси катионов и анионов путем проведения химических превращений – качественного анализа;
- привить навыки в проведении экспериментов и оформлении экспериментальных данных;
- научить анализировать наблюдения и результаты химических превращений и на основе этого делать обобщающие выводы;
- научить студентов пользоваться справочной литературой по аналитической химии, осуществлять поиск необходимой учебной и научной информации.

2.2 Требования к уровню освоения содержания дисциплины*

После прохождения дисциплины студент должен:

• *знать*

- теоретические основы современной аналитической химии: типы химических реакций, применяемых в аналитической химии;
- методы обнаружения и идентификации;
- основные методы разделения и концентрирования, их роль в химическом анализе;
- о хроматографических методах анализа, разделения и выделения веществ;
- о методах титриметрического анализа - кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного и комплексометрического титрования;
- об электрохимических и спектроскопических методах анализа;
- о классификации катионов и анионов по аналитическим группам.

• *уметь*

- проводить качественный анализ катионов и анионов на основе знаний, полученных по качественному анализу катионов и анионов.

- выделять катионы и анионы из смесей, для последующего анализа других компонентов смеси;
- обращаться с химической посудой;
- соблюдать технику безопасности работы в химической лаборатории и уметь обращаться с едкими, ядовитыми, легколетучими органическими соединениями, работать с горелками, спиртовками и электрическими нагревательными приборами;
- самостоятельно работать со справочной, учебной, научной и методической литературой, воплощать описанные в литературе методики в опыты;
- применять методы количественного анализа, основываясь на методах титриметрического анализа - кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного и комплексометрического титрования;
- записывать уравнения реакций осуществленных реакций;
- проводить простой учебно-исследовательский эксперимент по аналитической химии, основываясь на знаниях, навыках и приемах техники работ в лаборатории, выполнять расчеты, оформлять результаты, формулировать выводы.

• *владеть*

- знаниями по методам анализа, выделения и идентификации компонентов в смеси;
- приемами техники работ по качественному и количественному анализу;
- знаниями и навыками поиска необходимой учебной и научной информации

2.3. Трудоемкость дисциплины и виды учебной работы по учебному плану.

Виды учебной работы	Всего, в акад. часах	Распределение по семестрам					
		2 сем	сем	сем	сем.	сем	сем
1	3	4	5	6	7	10	11
1. Общая трудоемкость изучения дисциплины по семестрам , в т. ч.:		108					
1.1. Аудиторные занятия, в т. ч.:		54					
1.1.1. Лекции		18					
1.1.2. Практические занятия, в т. ч.							
1.1.2.1. Контрольные работы							
1.1.3. Семинары							
1.1.4. Лабораторные работы		36					
1.1.5. Другие виды аудиторных занятий							
1.2. Самостоятельная работа, в т. ч.:		54					
1.2.1. Подготовка к экзаменам							
1.2.2. Другие виды самостоятельной работы, в т.ч. (можно указать)							
1.2.2.1. Письменные домашние задания							
1.2.2.2. Курсовые работы							
1.2.2.3. Эссе и рефераты							
1.3. Экзамен							
Итоговый контроль		зачет					

2.4. Содержание дисциплины

2.4.1. Тематический план и трудоемкость аудиторных занятий (Модули, разделы дисциплины и виды занятий) по учебному плану 2 семестр

Разделы и темы дисциплины	Всего ак. часов	Лекции, ак. часов	Практ. занятия, ак. часов	Семинары, ак. часов	Лабор. ак. часов	Другие виды занятий, ак. часов
1	3=4+5+6+7+8	4		6	7	8
Введение	5	1			2	
Раздел 1. Классификация методов анализа.	25	5			10	
Тема 1.1. Виды анализа.	5	1			2	
Понятие о химических реактивах, техника пользования ими. Посуда и приборы, методы применяемые в качественном анализе /Фильтрование. Перегонка. Кристаллизация/. Оборудование, правила работы и техники безопасности в лаборатории органической химии.	5	1			2	
Тема 1.2. Метод и методика анализа.		1			2	
Аналитическая классификация катионов. Первая аналитическая группа катионов. NH_4^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ , Fr^+ , Mg^{2+}	5					
Опыты по реакциям катионов 1-ой аналитической группы	3	1				
Раздел 2. Метрологические основы химического анализа.	15	3			6	
Тема 2.1. (Основные стадии химического анализа.)	5	1			2	
Тема 2.2. Абсолютные (безэталонные) и относительные методы анализа.	5	1			2	
Ход анализа при определении катионов 1-ой аналитической группы						
Тема 2.3. Основные характеристики метода анализа.	5	1			2	
Раздел 3. Типы химических реакций и процессов в аналитической химии.	35	7			14	
Вторая аналитическая группа катионов Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Ra^{2+}		1			2	
Анализ катионов Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}	5					
Тема 3.1. Основные типы химических реакций в аналитической химии.						
Систематический ход анализа смеси катионов первой и второй аналитических групп	5	1			2	
Тема 3.2. Используемые в аналитической химии процессы.	5	1			2	
Третья аналитическая группа катионов						
Тема 3.3. Кисотно-основные реакции.		1			2	
Определение катионов 1-ой подгруппы третьей аналитической группы	5					
Определение катионов 2-ой подгруппы третьей аналитической группы						
Тема 3.4. Реакции комплексообразования.		1			2	
Четвертая аналитическая группа катионов	5					
Четвертая аналитическая группа катионов – 1-ая подгруппа						

Тема 3.5. Окислительно-восстановительные реакции.	5	1			2	
Четвертая аналитическая группа катионов – 2-ая подгруппа						
Тема 3.6. Процессы осаждения и соосаждения.	5	1			2	
Пятая аналитическая группа катионов						
Раздел 4. Методы обнаружения и идентификации.	10	2			4	
Обнаружение катионов пятой аналитической группы	7	1			4	
Анализ некоторых анионов. Обнаружение Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , NO_3^- , NO_2^- .	5	1			2	
Обнаружение анионов второй аналитической группы SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} ,						
Раздел 5. Методы выделения, разделения и концентрирования.	5	1			2	
Тема 5.1. Основные методы разделения и концентрирования.	5	1			2	
ИТОГО	54	18			36	3

2.4.2 Содержание разделов и тем дисциплины

ВВЕДЕНИЕ

Предмет аналитической химии, ее структура. Индивидуальность аналитической химии, ее место в системе наук, связь с практикой.

Раздел 1. КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ АНАЛИЗА.

Тема 1.1. Виды анализа.

- Химические, физические и биологические методы анализа.
- Макро-, микро- и ультрамикроанализ.
- Качественный и количественный анализ.

Тема 1.2. Метод и методика анализа.

Раздел 2. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Тема 2.1. Основные стадии химического анализа.

Тема 2.2. Абсолютные (безэталонные) и относительные методы анализа.

- Относительная и систематическая погрешность, промах, предел обнаружения.

Тема 2.3. Основные характеристики метода анализа.

- правильность и воспроизводимость,
- коэффициент чувствительности,
- предел обнаружения,
- нижняя и верхняя границы определяемых содержаний.
- классификация погрешностей анализа.

Раздел 3. ТИПЫ ХИМИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ И ПРОЦЕССОВ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Тема 3.1. Основные типы химических реакций в аналитической химии.

- кислотно-основные реакции;
- реакции комплексообразования;
- реакции окисления-восстановления.

Тема 3.2. Используемые в аналитической химии процессы.

- осаждение-растворение;
- экстракция;
- сорбция.
- Константы равновесия реакций и процессов.

Тема 3.3. Кислотно-основные реакции.

- Теория Аррениуса.
- Современные представления о кислотах и основаниях.
- Теория Льюиса.
- Теория Бренстеда - Лоури.
- Равновесие в системе кислота - сопряженное основание и растворитель.
- Константы кислотности и основности.
- Сила кислот и оснований.
- Роль растворителя в протолитических реакциях: апротонные, протофильные и амфипротные растворители.
- Константа автопротолиза.
- Нивелирующий и дифференцирующий эффекты растворителей.
- Буферные растворы и их свойства.

Тема 3.4. Реакции комплексообразования.

- Типы комплексных соединений, используемых в аналитической химии.
- Классификация комплексных соединений
 - а) по характеру взаимодействия металл-лиганд,
 - б) по однородности лиганда и центрального иона (комплексообразователя);
 - в) внутрисферные комплексы и ионные ассоциаты (внешнесферные комплексы и ионные пары),
 - г) однороднолигандные и смешанолигандные,
 - д) полиядерные (гетерополиядерные и гомополиядерные).
- Классификация комплексных соединений по термодинамической и кинетической устойчивости.
- Теоретические основы взаимодействия органических реагентов с неорганическими ионами.
- Теория аналогий взаимодействия ионов металлов с неорганическими реагентами типа H_2O , NH_3 и H_2S и кислород-, азот-, серосодержащими органическими реагентами.
- Хелаты, внутрикислотные соединения.

Тема 3.5. Окислительно-восстановительные реакции.

- Окислительно-восстановительные реакции – их типы.
- Окисление и восстановление.
- Электродный потенциал. Уравнение Нернста.
- Стандартный и формальный потенциалы.
- Связь константы равновесия со стандартными потенциалами.
- Направление реакции окисления и восстановления.
- Факторы, влияющие на направление окислительно-восстановительных реакций.
- Механизмы окислительно-восстановительных реакций.

Тема 3.6. Процессы осаждения и соосаждения.

- Равновесие в системе раствор - осадок.
- Осадки и их свойства. Схема образования осадка.

- Кристаллические и аморфные осадки. Зависимость структуры осадка от растворимости, полярности молекул и условий осаждения (концентрации осаждаемого иона и осадителя, солевого состава раствора и pH, температуры).
- Условия получения кристаллических осадков. Гомогенное осаждение.
- Старение осадка. Причины загрязнения осадка.
- Использование коллоидных систем в химическом анализе.

Раздел 4. МЕТОДЫ ОБНАРУЖЕНИЯ И ИДЕНТИФИКАЦИИ

Тема 4.1. Методы обнаружения и идентификации

- Задачи и выбор метода обнаружения и идентификации химических соединений.
- Идентификация атомов, ионов и веществ.
- Дробный и систематический анализ.
- Физические методы обнаружения и идентификации неорганических и органических веществ.

Раздел 5. МЕТОДЫ ВЫДЕЛЕНИЯ, РАЗДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

Тема 5.1. Основные методы разделения и концентрирования.

- роль методов разделения и концентрирования в химическом анализе, выбор и оценка.
- Сочетание методов разделения и концентрирования с методами определения; гибридные методы.
- Одноступенчатые и многоступенчатые процессы разделения.
- Константы распределения. Фактор разделения.
- Коэффициент концентрирования.

2.5. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Важнейшим компонентом для усвоения предмета “Аналитическая химия” является наличие химических реактивов, лабораторного оборудования, лабораторной посуды для демонстрации опытов, обнаружения самими студентами ионов, проведения качественного и количественного анализа. Лаборатория Химии оснащена необходимым оборудованием, в ней имеются необходимые реактивы и стеклянная посуда для реализации программы по предмету “Аналитическая химия” в полном объеме в соответствии с требованиями, предъявляемыми по требованиям учебного процесса.

Аудитории оборудованы аудиовизуальными, техническими и компьютерными средствами обучения, а также наглядными пособиями - 70 рисунков, схем, таблиц на стандартных пленках, поясняющие содержание лекций. Каждый студент во время лекции снабжается ксерокопиями с таблиц для самостоятельного пользования.

2.6 Модульная структура дисциплины с распределением весов по формам контролей

2 семестр

	Вес формы текущего контроля в результирующей оценке текущего контроля	Вес формы промежуточного контроля и результирующей оценки текущего контроля в итоговой оценке промежуточного	Вес итоговых оценок промежуточных контролей в результирующей оценке промежуточного контроля	Вес оценки результирующей оценки промежуточных контролей и оценки итогового контроля в результирующей

Вид учебной работы/контроля				контроля			оценке итогового контроля
	M1	M2	M3	M1	M2	M3	
Контрольная работа						0.5	
Тест							
Курсовая работа							
Лабораторные работы			0.5				
Письменные домашние задания							
Эссе							
<i>Другие формы (добавить)</i>							
<i>Другие формы (Семинар)</i>							
<i>Другие формы (опрос)</i>			0.5				
Вес результирующей оценки текущего контроля в итоговых оценках промежуточных контролей						0.5	
Вес итоговой оценки 1-го промежуточного контроля в результирующей оценке промежуточных контролей							
Вес итоговой оценки 2-го промежуточного контроля в результирующей оценке промежуточных контролей							
Вес итоговой оценки 3-го промежуточного контроля в результирующей оценке промежуточных контролей т.д.						1	
Вес результирующей оценки промежуточных контролей в результирующей оценке итогового контроля							1
Экзамен/зачет (оценка итогового контроля)							0
	$\Sigma = 1$	$\Sigma = 1$	$\Sigma = 1$	$\Sigma = 1$	$\Sigma = 1$	$\Sigma = 1$	$\Sigma = 1$

2.7 Формы и содержание текущего, промежуточного и итогового контролей

Все виды контроля проводятся по тестам, составленным согласно учебно-методическому плану. Тесты содержат 50-100 контрольных вопросов, полностью отражающих тематику данного модуля или текущего опроса.

Студенты получают контрольные вопросы и специальные бланки с ячейками для ответов, в которых буквами или цифрами вносится ответ. Работы проверяются по специальным шаблонам, соответствующим бланкам. Тесты составляются к каждому вопросу, модулю, зачету, экзамену. Банк тестов не используется, он остается для самостоятельного обучения студентов и пополняется за счет прошедших контрольных работ.

3. Теоретический блок

3.1 Материалы по теоретической части курса²

3.1.1 Учебник(и)*

а) Базовый учебник*

Основы аналитической химии: (Ю.А. Золотов). М.: Высш. шк., 2004. Кн. 1. 359 с.; Кн. 2. 503

б) Основная литература

1. *Васильев В.П.* Аналитическая химия: В 2 ч. М.: Высш. шк., 1989. Ч. 1. 320 с.; Ч. 2. 384 с.
2. *Янсон Э.Ю.* Теоретические основы аналитической химии: М.: Высш. шк., 1987. 261 с.
3. *Скуг Д., Уэст Д.* Основы аналитической химии: В 2 т. М.: Мир, 1979. Т. 1-2.
4. *Фритц Дж., Шенк Г.* Количественный анализ. М.: Мир, 1978. 557 с.
5. *Кунце У., Шведт Г.* Основы качественного и количественного анализа. М. Мир, 1997. 424 с
6. *Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В.* Аналитическая химия /в 2-х книгах/, М. Химия, 1990.
7. *Барсукова З.А.* Аналитическая химия М.: Высш. шк., 1990

б) Дополнительная литература

1. *Пиккеринг У.Ф.* Современная аналитическая химия. М: Химия, 1977. 558 с.
2. *Лайтинен Г.А., Харрис В.Е.* Химический анализ. 2-е изд., пере-раб. М.: Химия, 1979. 624 с.
3. *Гуляницкий А.* Реакции кислот и оснований в аналитической химии. М.: Мир, 1975. 239 с.
4. *Хольцбехер З. и др.* Органические реагенты в неорганическом анализе. М.: Мир, 1979. 752 с.
5. *Золотов Ю.А.* Аналитическая химия: проблемы и достижения. М.: Наука, 1992. 288 с.
6. *Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В.* Задачи и упражнения по аналитической химии. М.: Изд-во Моск. ун-та, 1984. 215 с.

3.1.2 Электронные материалы (электронные учебники, учебные пособия, курсы и краткие конспекты лекций, презентации РРТ и т.п.)³

4. Практический блок

4.1. Планы лабораторных работ и практикумов**

№	№ раздела дисциплины	Наименование лабораторных работ
1	2	3

² Должен быть хотя бы один вид материалов, из числа указанных в п.п. 4.1.1.- 4.1.5.

³ Должен быть хотя бы один вид электронных материалов, указанных в п. 4.1.5.

1.	<p>Раздел I. Метрологические основы химического анализа</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Понятие о химических реактивах, техника пользования ими. • Посуда и приборы, методы применяемые в качественном анализе /Фильтрование. Перегонка. Кристаллизация/. • Оборудование, правила работы и техники безопасности в лаборатории органической химии. • <u>Аналитическая классификация катионов.</u> • Первая аналитическая группа катионов. NH_4^+, Li^+, Na^+, K^+, Rb^+, Cs^+, Fr^+, Mg^{2+} • Вторая аналитическая группа катионов Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}, Ra^{2+}
2.	<p>Раздел II. Типы химических реакций и процессов в аналитической химии</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Систематический ход анализа смеси катионов первой и второй аналитических групп • Третья аналитическая группа катионов • Четвертая аналитическая группа катионов (Hg^{2+}, Cu^{2+}, Bi^{3+}, Cd^{2+}, Pd^{2+}, Sn^{2+}, Sn^{IV}, As^{III}, As^{V}, Sb^{III}, Sb^{V}, Au^{3+}, Ge^{IV}, Re^{IV}, Ir^{IV}, Pt^{IV}) Осаждаемые сероводородом катионы: <i>1-я подгруппа:</i> реакции катионов первой подгруппы (подгруппа меди) Hg^{2+}, Cu^{2+}, Bi^{3+}, Cd^{2+}, Pd^{2+}. <i>2-я подгруппа:</i> Sn^{2+}, Sn^{IV}, As^{III}, As^{V}, Sb^{III}, Sb^{V}, Au^{3+}, Ge^{IV}, Re^{IV}, Ir^{IV}, Pt^{IV}. <i>3-я подгруппа:</i> Ag^+, $[\text{Hg}_2]^{2+}$, Pb^{2+}, Cu^+, Au^+, Tl^+ • Общие реакции катионов четвертой аналитической группы
3.	<p>Раздел III. Методы обнаружения и идентификации</p>	<p>пятая аналитическая группа катионов (группа серебра)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Пятая аналитическая группа катионов. Ag^+, $[\text{Hg}_2]^{2+}$, Pb^{2+}, Cu^+, Au^+, Tl^+ • Систематический ход анализа смеси катионов пятой аналитической группы. • <i>Анализ некоторых анионов. Обнаружение Cl^-, Br^-, I^-, SCN^-, NO_3^-, NO_2^-.</i> <i>Обнаружение некоторых анионов второй аналитической группы</i> F^-, SO_3^{2-}, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-}, CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, CrO_4^{2-}, AsO_3^{3-}, AsO_4^{3-}, BO_3^{3-}, SiO_3^{2-}, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, VO_3^-, MoO_4^{2-}, WO_4^{2-}, $(\text{GeO}_3^{2-}, \text{IO}_3^-, \text{IO}_4^-, \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}, \text{SiF}_6^{2-}, \text{SeO}_3^{2-}, \text{SeO}_4^{2-}, \text{TeO}_3^{2-}, \text{TeO}_4^{2-})$

4.	Раздел IV. Методы выделения, разделения и концентрирования	<ul style="list-style-type: none"> • Методы осаждения и соосаждения. • Методы экстракции.
5.	Раздел V. Хроматографические методы анализа	<ul style="list-style-type: none"> • Тонкослойная плоскостная хроматография.
6.	Раздел VI. Титриметрические методы анализа	<ul style="list-style-type: none"> • Кислотно-основное титрование. • Окислительно-восстановительное титрование. • Осадительное титрование. Комплексометрическое титрование.

4.3. Образец варианта практической работы по теме хроматография

Хроматография.

Хроматографические методы широко используются в органической химии для анализа реакционных смесей и препаративного выделения продуктов реакции, в частности для :

- а) контроля за полнотой протекания реакции;
- б) проверки полученных соединений на чистоту;
- в) разделения смеси веществ.

Различают жидкостную хроматографию (тонкослойную на пластинах и колоночную) и газовую хроматографию.

Тонкослойная хроматография (ТСХ) – один из наиболее широко используемых методов в практикуме. Разделение проводят на пластинке с готовым слоем сорбента (силикагель или оксид алюминия), нанесенным на пластмассовую подложку или алюминиевую фольгу. Большие листы разрезают на полоски нужного размера.

Методика проведения (ТСХ)

ТСХ, или тонкослойная хроматография – наиболее часто применяемый метод хроматографии.

Она применяется при необходимости

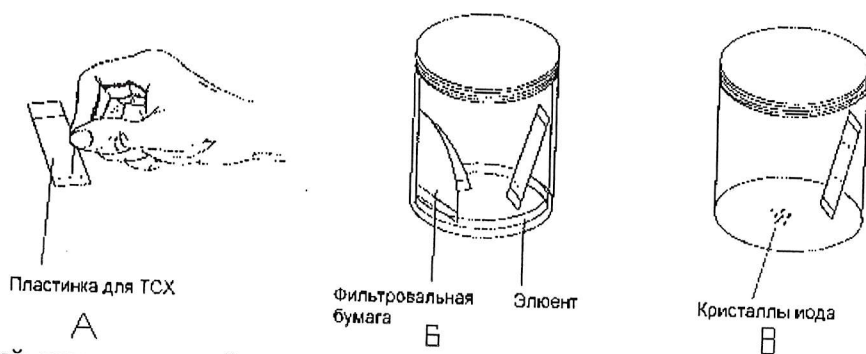
- а) анализа реакционных смесей и полученных продуктов.
- б) контроля за чистотой и идентичностью полученных продуктов,
- в) контроля за течением реакции.

Аналитическая адсорбционная хроматография - тонкослойная хроматография (ТСХ).

Последовательность операций:

1. нанесение вещества (А).
2. проявление хроматограммы элюентом (Б).
3. определение веществ (обычно с помощью УФ света, в случае же веществ, не проявляющихся в УФ свете, - с помощью йодной камеры (В)).

Препаративная тонкослойная хроматография может быть использована только для малых количеств веществ.



Разбавленный анализируемый раствор (1-2 %) в летучем растворителе наносят с помощью капилляра на стартовую линию пластинки ("силуфол"). Стартовую линию проводят карандашом на расстоянии 1 см от нижнего края пластинки и она не должна погружаться в проявляющий растворитель (элюент).

После нанесения 2-3 капель раствора с веществом на пластинку ее сушат на воздухе и погружают в стакан с проявляющим растворителем, стараясь расположить пластинку вертикально. В стакан предварительно наливают столько растворителя, чтобы стартовая линия оказалась над его поверхностью. Когда фронт растворителя поднимется почти до верха пластины, ее вынимают из стакана и сразу же карандашом отмечают положение фронта растворителя.

Пластинку сушат и проявляют. Определяют расположение пятен веществ в УФ свете (254 нм) или помещают в сосуд с йодом (несколько кристалликов). Пары йода растворяются в органических "пятнах", окрашивая их в желтый или коричневый цвет. Высота, на которую поднимается по пластинке "пятно" соединения, зависит от сродства последнего к сорбенту и полярности проявляющего растворителя или смеси растворителей (элюентов).

Для чистых растворителей предусматривается элюотропный ряд, в котором элюенты располагаются по увеличивающейся полярности: н-пентан, циклогексан, четыреххлористый углерод, толуол, дихлорметан, диэтиловый эфир, этилацетат, ацетон, метанол, вода, уксусная кислота, пиридин.

Характеристикой каждого вещества при (ТСХ) служит значение R_f :

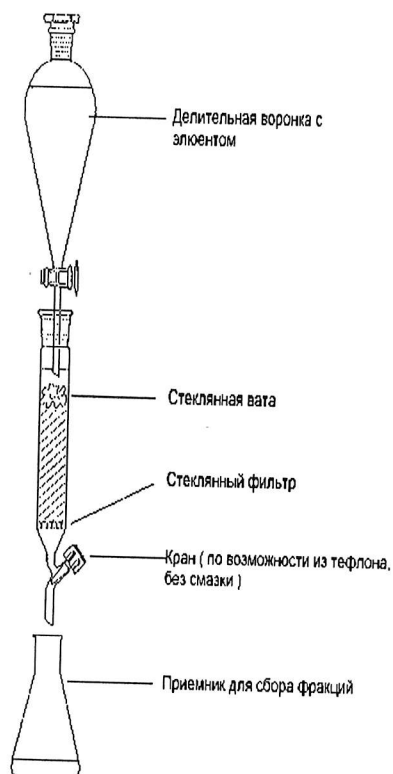
$$R_f = \frac{\text{Удаление "пятна" вещества от старта}}{\text{Удаление фронта растворителя от старта}}$$

Различные соединения, находящиеся в смеси, поднимаются с разными скоростями в зависимости от их сродства к сорбенту. Идентичность значения R_f соединения, находящегося в смеси, со значением R_f вещества сравнения, дает полное основание считать, что они одинаковы. Однако, поскольку сорбенты различны, а состав смеси растворителей трудно воспроизвести точно, необходимо доказать, что значения R_f одинаковы. Для этого хроматографируют смесь и вещество сравнения рядом друг с другом на одной и той же пластинке, чтобы удостовериться в точном совпадении пятен.

Колоночная хроматография - это метод для разделения смесей в препаративных целях. Существует несколько разновидностей препаративной колоночной хроматографии, которые различаются по типам колонок и особенно по методам пропускания элюирующего растворителя: колоночная хроматография с "гравитационным элюированием", (т.е. под действием собственной силы тяжести), более быстрые и эффективные флеш-хроматография, хроматография среднего давления и флеш-хроматография на сухой колонке.

Операции по очистке полученных продуктов:

- 1) Очистка посредством хроматографического разделения на колонке (фильтрование через короткую колонку).



- 2) Стандартной практикой, то есть наиболее часто применяемой, является колоночная хроматография с "гравитационным элюированием". Разделение выполняют на колонке, представляющей собой стеклянную трубку, заполненную сорбентом (оксид алюминия или силикагель), выполняющим роль пористого слоя, через который протекает подвижная фаза.

Подвижной фазой, обычно называемой "элюирующий растворитель" или "элюент", является органический растворитель типа гексана или петролейного эфира. Разделяемая смесь с помощью растворителя помещается в верхнюю часть колонки, где она сорбируется неподвижной фазой, а затем через колонку непрерывно пропускают элюент. Каждый компонент смеси переносится вниз по колонке элюентом со скоростью, которая зависит от его сродства к сорбенту. В идеальном случае смесь разделяется на отдельные компоненты (слои), которые медленно опускаются вниз и в конечном итоге собираются в приемник.

Сильно адсорбирующиеся полярные соединения (спирты, амины, карбоновые кислоты) продвигаются медленнее, чем менее полярные соединения (карбонильные соединения, простые эфиры, углеводороды), которые адсорбируются менее сильно.

Обычно элюент собирают порциями. Каждую порцию проверяют с помощью (ТСХ) на присутствие того или иного компонента смеси. Затем соответствующие порции объединяют, удаляют растворитель на ротаторном испарителе и выделяют соединение.

Для того, чтобы не потерять какое-либо соединение из разделяемой смеси, её взвешивают перед началом хроматографирования и после разделения взвешивают каждый компонент.

Подробное описание теории и методов хроматографирования см.:

1. Харитонов Ю.В. Аналитическая химия, Учебник, 1-2т. Высшая школа, 2001.
2. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия /в 2-х книгах/, М. Химия, 1990.
3. Основы аналитической химии: практическое руководство /Под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2002.
4. Основы аналитической химии: задачи и вопросы /Под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2002.

5. Основы аналитической химии: учебник для вузов: в 2 кн. /Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева /Под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 1999.
6. Дж.Шарп, И.Госни, А.Роули "Практикум по органической химии", изд-во "Мир", 1993 год.
7. Практикум по аналитической химии. Под ред. Пономарёва В.Д., Ивановой Л.И. М.: Высшая школа, 1983.
8. Петерс Д., Хайес Дж., Хифтье Г. Химическое разделение и измерение. В 2 кн. М.: Химия, 1978.

4.4. Образцы экзаменационных практических заданий*

Обнаружение Hg^{2+} -ионов Обнаружение Cu^{2+} -ионов. Реакция с гидроксидом аммония, гексацианоферратом (II) калия и роданидом калия.

Ход анализа катионов I-ой аналитической группы.

Анализ некоторых анионов. Обнаружение ионов Cl^- , Br^- , I^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} .

Обнаружение ионов Mg^{2+} .

Систематический ход анализа смеси катионов первой и второй аналитических групп.

Общие реакции катионов пятой аналитической группы

Обнаружение ионов Fe^{3+} и Fe^{2+} .

Обнаружение ионов Na^+ и Mg^{2+} .

Первая аналитическая группа катионов (NH_4^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ , Fr^+ , Mg^{2+})

Характеристика пятой аналитической группы катионов Ag^+ , $[\text{Hg}_2]^{2+}$, Pb^{2+} , Cu^+ , Au^+ , Tl^+

Материалы по практической части курса⁴

5. Методический блок

5.1. Методика преподавания

В соответствии с современными требованиями учебный курс по аналитической химии включает лекции и лабораторные занятия. Преподавание дисциплины предполагает формирование у студентов представлений о двух взаимодополняющих подходах к оценке системного и практического подходов в проведении анализа. Аналитическая химия лежит в основе не только химии, но и многих областей знаний, а также практических дисциплин, связанных с биологией, медициной, фармацевцией. Аналитическая химия как наука является методологическим фундаментом медицины и фармации, а также научной основой диагностики болезней и прогнозирования функциональной активности организма человека. Применение в медицине лекарств невозможно без точного знания их структуры, состава, наличия примесей, степени чистоты. Применение в лабораториях классических методов анализа и современных физико-химических и инструментальных методов требует от

⁴ В данном разделе должен быть хотя бы один вид материалов, из числа указанных в п.п. 5.3.1-5.3.5.

выпускников медицинских и биологических подразделений ВУЗ-ов умения проводить анализ, интерпретировать полученные результаты, наличия представлений необходимости анализа и его современных методах.

Чтение курса «Аналитическая химия» начинается с введения, затем дается представление о типах реакций, применяемых в аналитической химии, методах анализа, способах очистки, разделения, инструментальных методах анализа. Для лучшего усвоения материала лекция сопровождается показом демонстрационного материала (таблицы, рисунки, графики, схемы), а также показом коротких видеороликов.

Закрепление материала проводится на практических занятиях. После проработки данной темы студенты отвечают на контрольные вопросы. Для лучшего усвоения теоретического материала на практических занятиях проводятся эксперименты, охватывающие разделы качественного и количественного анализа, а также хроматографии, сорбции, экстракции..

После прохождения каждого раздела на практических занятиях проводится контрольный опрос по всем пройденным темам.

5.2. Методические рекомендации для студентов

Подготовку к семинару студент должен начать с лекционного курса, затем просмотра тех же тем по рекомендуемой литературе и интернету. Необходимо проверить свои знания на тестовых заданиях, относящихся к теме.

Подготовку к лабораторным занятиям необходимо начать с лекционного курса, далее конспектирования методических указаний по теме лабораторного занятия и разбора отмеченных в методичке описаний опытов. Необходимо записать в конспектах уравнения превращений, описанных в методиках.

5.3. Методические указания по организации самостоятельной работы студентов при изучении конкретной дисциплины

Самостоятельная работа студентов организуется во внеурочное время. При этом необходимо пользоваться предложенной литературой, материалами интернета, лекциями.

5.4. Методические указания по подготовке к семинарским, практическим или лабораторным занятиям

Закрепление материала проводится на практических занятиях. После проработки данной темы студенты отвечают на контрольные вопросы. Для лучшего усвоения теоретического материала на практических занятиях проводятся также эксперименты.

В каждом семестре проводятся 3 контроля. Контроль проводится по тестовым билетам. Каждый билет содержит 20-30 вопросов по пройденному материалу.