

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

ИОНЦ «Экология природопользование»

Химический факультет

Кафедра органической химии

Количественный элементный анализ органических соединений

Вопросы для самоконтроля

Подпись руководителя ИОНЦ
Дата

Екатеринбург
2008

Вопросы для самоконтроля

Введение

Тема 1. Проблемы количественного элементного анализа органических соединений

Структура курса

Исторический экскурс

Переход от макроанализа Либиха-Дюма к микроанализу Прегля (1910 -1911 гг.). Переход к быстрым методам разложения (1920 – 1930 гг.).

Инструментализация и автоматизация аналитических процессов (1956 –2004 гг.)

Закономерности развития элементного анализа органических соединений в зависимости от запросов органического синтеза.

Роль научно-технического прогресса в области приборостроения для развития элементного анализа органических соединений

Проблемы и достижения элементного анализа органических соединений

Тема 2. Методы количественного элементного анализа органических соединений. Обзор наиболее употребляемых методов

Обзор наиболее употребляемых методов

Метод «пустой трубки»

«Экспресс-гравиметрия». Схема трубки для сжигания с наполнением. Формула расчета содержания углерода, водорода и гетероэлемента (массовая доля, %)

Определение массовой доли углерода, водорода и некоторых гетероэлементов в органических соединениях методом экспресс-гравиметрии.

Полнота окисления углерода при температуре в зоне сжигания 900-950°C в зависимости от добавок различных окислителей к навеске трудноанализируемых веществ.

Перечень гетероэлементов, определяемых одновременно с С, Н и их взвешиваемые формы.

Аппаратура для определения массовой доли гетероэлементов в органических соединениях методом экспресс-гравиметрии.

Особенности одновременного определения углерода, водорода и некоторых гетероэлементов методом экспресс-гравиметрии

Устройство «Весовой» комнаты для взвешивания микронавесок.

Отбор и взвешивание пробы.

Выполнение анализа для одновременного определения углерода, водорода и некоторых гетероэлементов методом экспресс-гравиметрии

Определение массовой доли азота в органических соединениях газометрическим методом.

Окислительное разложение в инертной атмосфере при высокой температуре за счёт кислорода окислителя

Аппаратура и реагенты. Устройство азотометра.

Схема установки для определения азота по Дюма — Преглю — Коршун

Расчет содержания азота в органических соединениях (массовая доля, %)

Тема 3. Элементный автоматический анализ органических соединений

Определение массовой доли углерода, водорода, азота в органических соединениях на автоматических анализаторах

Предпосылки создания автоматических анализаторов

. Основные принципы автоматических методов «CHN» анализа

Коммерческие анализаторы

Определение массовой доли углерода, водорода, азота в органических соединениях на автоматических анализаторах «CHN»: 240G; PE 2400, серия II («Perkin Elmer», США)

Определение массовой доли углерода, водорода, азота в органических соединениях на автоматических анализаторах «CHN» модели: 1106, 1500, EA 1108 («Carlo Erba Instruments», Италия)

Тема 4. Определение галогенов и серы в органических соединениях методом визуальной титриметрии и спектрофотометрии

Определение галогенов и серы. Методы разложения органических веществ

Разложение в микроколбе Кьельдаля

Сожжение в колбе Шенигера

Разложение сплавлением

Спектрофотометрическое определение гетероэлементов

Определение массовой доли фтора в органических соединениях спектрофотометрическим методом

Преимуществом спектрофотометрического способа окончания перед титрованием по цветному индикатору

Метод сравнения со стандартным раствором, содержащим такое же количество фтора

Расчет содержания фтора в органических соединениях (массовая доля, %)

Определение массовой доли хлора или брома (йода) в органических соединениях методом меркуриметрического титрования

Устройство микробюретки

Визуальная регистрация конечной точки меркуриметрического титрования по цветной реакции с индикатором дифенилкарбазоном.

Сложности определения йода методом меркуриметрического титрования после сжигания в колбе Шенигера.

Расчет содержания хлора или брома (йода) в органических соединениях (массовая доля

Определение массовой доли серы в органических соединениях методом барийметрического титрования

Переведение всей серы в единую аналитическую форму

Роль индикатора хлорфосфоназо III. при барийметрическом титровании поглотительного раствора содержащего сульфат- ионы.

Расчет содержания серы в органических соединениях (массовая доля, %).

Тема 5. Метрологическое обеспечение количественного элементного анализа органических соединений

Метрологическое обеспечение методик элементного количественного химического анализа органических соединений

Понятия «обеспечение единства измерений» и «достоверность полученных результатов».

Стандартные образцы состава (certified reference materials): для методик элементного количественного анализа органических соединений

Аттестуемая характеристика стандартного образца состава органического соединения

Тип и классификация стандартных образцов состава органических соединений

Порядок применения стандартных образцов зарубежного выпуска

Методики (элементного) количественного химического анализа органических соединений

Аттестация методик выполнения измерений

Характеристики погрешности результатов измерений. Алгоритмы оценивания

Оценивание характеристик случайной составляющей погрешности измерений

Оценивание систематической составляющей погрешности результатов измерений

Метод оценивания характеристики погрешности результатов измерений с использованием расчетного способа

Результаты аттестации методики количественного химического анализа

«Определение массовой доли азота в органических соединениях волюмометрическим методом Дюма-Прегля-Коршун

Метрологические характеристики и нормативы контроля точности

Оперативный внутрилабораторный контроль результатов измерений при выполнении анализа по МКХА.

Тема 6. Общие вопросы организации количественного элементного анализа органических соединений

Организация аналитических работ в лаборатории сервисного количественного элементного анализа органических соединений

Метрологическое обеспечение аналитических работ