

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

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

ИОНЦ «Экология и природопользование»

Химический факультет

Кафедра органической химии

Количественный элементный анализ органических соединений

Программа дисциплины

Подпись руководителя ИОНЦ
Дата:

Екатеринбург

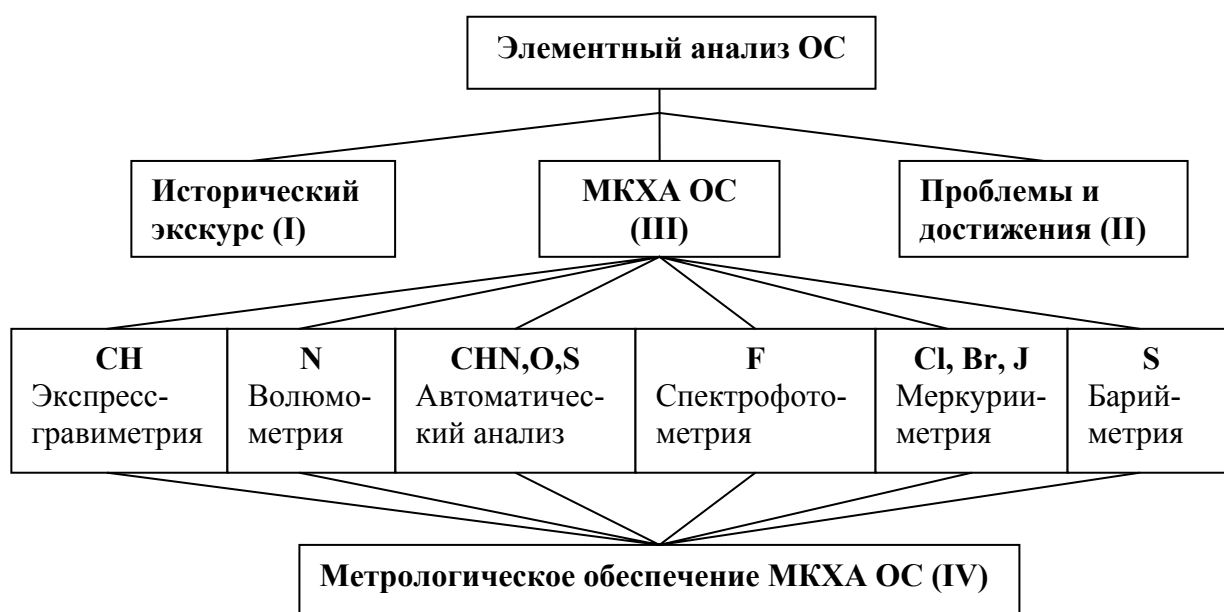
2008

1 Введение

Элементный анализ органических соединений остаётся необходимой стадией их идентификации, несмотря на широкое применение современных физико-химических методов исследования органических соединений.

Многолетние традиции университетов по подготовке аналитиков высшей квалификации для металлургии, машиностроения и оборонной промышленности привели к специализации студентов в области анализа неорганических объектов. Выпускники, попадающие в лаборатории элементного анализа органических соединений академических и отраслевых институтов, вынуждены самостоятельно изучать методы количественного химического анализа (МКХА) органических соединений.

В рамках решения этой задачи разработан спецкурс «Элементный количественный анализ органических соединений» для студентов химического факультета и химиков, повышающих квалификацию в области элементного количественного анализа органических соединений (ОС). Структура спецкурса представлена по схеме:



Инвариантная часть спецкурса «Элементный количественный анализ органических соединений» является общеобразовательной. Введение его в

программу актуализировано практикой общения с дипломниками и аспирантами, для которых элементный анализ органических соединений является «чёрным ящиком». Важно показать, что элементный анализ органических соединений является частью аналитической химии, которая в свою очередь является гармоничным сочетанием теоретической науки и экспериментального искусства. Элементный анализ органических соединений использует результаты и методы всех наук, и одновременно обслуживает другие науки: органическую химию, нефтехимию, фармацевтику, медицину и т.д. Для специалистов в области элементного количественного анализа органических соединений характерен методологический подход, согласно которому объект выдаётся синтетиком, им же ставится аналитическая задача. Аналитик оставляет за собой право обоснованно выбрать метод и решить поставленную перед ним задачу.

11 Содержание курса «Элементный количественный анализ органических соединений»

Тема 1. Проблемы и достижения элементного анализа органических соединений

Часть 1. Структура курса

Спецкурс «Элементный количественный анализ органических соединений» состоит из четырёх взаимосвязанных модулей.

Часть 2. Исторический экскурс

В модуле I «Исторический экскурс» внимание акцентировано на закономерностях развития ЭА органических соединений в зависимости от научно-технического прогресса в области приборостроения и запросах органического синтеза.

В ходе развития элементного анализа органических соединений можно отметить три этапа, которые хорошо прослеживаются на примере определения углерода, водорода и азота - основных элементов органогенов.

Переход от макроанализа Либиха-Дюма к микроанализу Прегля (1910 -1911 гг.). По инициативе Дюма были сконструированы специальные аналитические весы. Это позволило уменьшить массу навески анализируемого органического соединения в 50 – 100 раз, а количество окисляющих реагентов и размеры аппаратуры в 10 раз.

Переход к быстрым методам разложения (1920 – 1930 гг.). В связи с успехами органического синтеза, стали появляться новые классы соединений.

Простое проецирование на них старых методов элементного количественного анализа стало не возможно. Появилось множество их модификаций, не вносивших существенных изменений в основу метода.

Принципиальным шагом вперед стало создание в 40-е годы метода пустой «трубки», а в 50-е годы введение кислорода в реакционную зону при определении азота по Дюма-Преглю. Этот приём сыграл большую роль при создании автоматических анализаторов и позволил в одном процессе совместить определение углерода, водорода и азота, что открыло новые возможности эффективного количественного окисления органических и элементоорганических соединений за счёт совместного действия газообразного и связанного кислорода твёрдых окислителей.

Инструментализация и автоматизация аналитических процессов (1956 – 2004 гг.). Эти работы по времени совпали с интенсивным развитием газовой хроматографии как способа разделения газообразных веществ и термокондуктометрией как средства их измерения. Что позволило создать способ одновременного определения из одной навески трёх главных элементов органоенов. Заложенный в этом методе принцип допускал осуществление полной автоматизации анализа.

Часть 3. Проблемы и достижения элементного анализа органических соединений

Модуль II «Проблемы и достижения» органически связан с историческим экскурсом. Здесь даётся понятие о современном уровне количественного

химического анализа органических соединений и перекидывается «мостик» в будущее. Создание и использование современных методов анализа органических соединений невозможно без активного и грамотного использования последних достижений наук, смежных с количественным анализом: химии, физики, математики, вычислительной техники и приборостроения, которые вносят свой вклад в решение проблем элементного анализа органических соединений.

Тема 2. Методы количественного элементного анализа органических соединений

Лекция 2 Часть 1. Обзор наиболее употребляемых методов

Модуль III «Методики количественного химического анализа органических соединений» - это основная часть в схеме, где дается подробное описание методов элементного количественного химического анализа:

- определение массовой доли углерода и водорода в органических соединениях методом экспресс-гравиметрии;
- определение массовой доли азота в органических соединениях газометрическим методом;
- определение массовой доли углерода, водорода, азота в органических соединениях на автоматическом анализаторе «CHN» EA 1108 («Carlo Erba Instruments», Италия);
- определение массовой доли углерода, водорода, азота в органических соединениях на автоматическом анализаторе «CHN» PE 2400, серия II («Perkin Elmer», США);
- определение массовой доли фтора в органических соединениях спектрофотометрическим методом;
- определение массовой доли хлора или брома в органических соединениях методом меркуриметрического титрования.

- определение массовой доли серы в органических соединениях методом барийметрического титрования.

Новые разнообразные по своим индивидуальным свойствам органические соединения ставят перед аналитиками важную задачу: точного определения элементов. Задача сводится к следующим основным моментам: полное разложение органических соединений, переводение определяемых элементов в единую аналитическую форму, удаление из зоны анализа соединений мешающих его определению; регистрация аналитического сигнала; расчеты и обработка результатов анализа.

Каждая методика количественного химического анализа решает эти проблемы по-разному.

Часть 2. Определение массовой доли углерода, водорода и некоторых гетероэлементов в органических соединениях методом экспресс-гравиметрии -

Лекция 3. Определение массовой доли некоторых гетероэлементов в органических соединениях методом экспресс-гравиметрии. Особенности метода

Лекция 4. Особенности одновременного определения углерода, водорода и некоторых гетероэлементов методом экспресс-гравиметрии

Лекция 5. Определение массовой доли азота в органических соединениях газометрическим методом

Тема 3. Элементный автоматический анализ органических соединений

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

Лекция 6. Часть 1. Предпосылки создания автоматических анализаторов.

Часть 2. Основные принципы автоматических методов «CHN» анализа

Лекция 7. Коммерческие анализаторы

Часть 1. Определение массовой доли углерода, водорода, азота в органических соединениях на автоматических анализаторах «CHN»: 240G; PE 2400, серия II («Perkin Elmer», США)

Часть 2. 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 ОС методом визуальной титриметрии и спектрофотометрии

Лекция 9. Определение массовой доли фтора в органических соединениях спектрофотометрическим методом

Лекция 10. Определение массовой доли хлора или брома (йода) в органических соединениях методом меркуриметрического титрования

Лекция 11. Определение массовой доли серы в органических соединениях методом барийметрического титрования

Тема 5. Метрологическое обеспечение количественного элементного анализа органических соединений

Модуль IV «Метрологическое обеспечение методик количественного химического анализа органических соединений» заключается в оценке случайной и систематической составляющих погрешности методики, в обеспечении стандартизации применяемых средств измерения, алгоритмов проведения анализа и установлении нормативов контроля погрешности. Цель модуля – формирование у студентов понятий «обеспечение единства измерений» и «достоверность полученных результатов».

Лекция 12 . Часть 1 . Оценка качества результатов анализа

Часть 2. Метрологическое обеспечение методик элементного количественного химического анализа органических соединений

Лекция 13. Стандартные образцы состава для методик элементного количественного анализа органических соединений

Лекция 14 Методики (элементного) количественного химического анализа органических соединений

Часть 1. Аттестация методик выполнения измерений

Часть 2. Характеристики погрешности результатов измерений

Лекция 15. Результаты аттестации Методики количественного химического анализа «Определение массовой доли азота в органических соединениях волюмометрическим методом Дюма-Прегля-Коршун»

Таким образом, достигается цель спецкурса: формирование у студентов профессионального сознания, овладение аналитической методологией и конкретными навыками в области элементного анализа органических соединений.

Тема 6. Общие вопросы организации количественного элементного анализа органических соединений

Лекция 16. Часть 1. Организация аналитических работ в лаборатории сервисного количественного элементного анализа органических соединений

Часть 2. Обобщение материала

Занятие 17. Консультации

Занятие 18. Зачёт

III Форма итогового контроля

Зачет (8 семестр)

IV Перечень примерных вопросов предлагаемых в билетах к зачету

- 1 Автоматический анализ органических соединений на углерод, водород, азот, серу и кислород.
- 2 Дифференциальная спектрофотометрия при анализе органических соединений на фтор.
- 3 Роль стандартных образцов состава в элементном анализе органических соединений.

V Учебно-методическое обеспечение

Рекомендуемая литература (основная)

- 1 Гельман Н.Э., Терентьева Е.А., Шанина Г.М., Кипаренко Л.М., Резл В. Методы количественного органического элементного микроанализа. М.: Химия, 1987. – 295 с.
- 2 Мазор Л. Методы органического анализа. М.: «Мир», 1986. – 584 с.
- 3 Климова Р.А. Основные микрометоды анализа органических соединений. М.: Химия, 1967. – с. 4 – 55.
- 4 Новиков Н.И., Панюкова М.А. Практическое руководство по анализу органических соединений. Свердловск: Изд. «УрГУ». 1972. – 186 с.
- 5 Панева В.И., Макулов Н.А., Короткина О.Б. Разработка и аттестация методик количественного анализа проб веществ и материалов. М.: Машиностроение, 1987. – 288 с.
- 6 Семенко Н.Г., Панева В.И., Лахов В.М. Стандартные образцы в системе обеспечения единства измерений. М.: Изд-во стандартов, 1990. – 287 с.
- 7 Чарыков А.К. Математическая обработка результатов анализа. Л.: Химия, 1984. – 167 с.

Рекомендуемая литература (дополнительная)

- 1 Ларина Н.И., Гельман Н.Э., Барановская И.Г. Спектрофотометрическое микроопределение фтора в органических соединениях. Сборник «Физические и физикохимические методы анализа органических соединений». М.: Наука, 1970. – с. 206 – 210.
- 2 Мирошина В.П., Дубина Е.М., Кусова Т.Л., Васильева Г.С. Опыт использования анализатора 1106 Карло Эрба (Италия) для автоматического

C H N, –S,–O–анализа органических веществ. Журнал аналитической химии, N 6, т. 147, 1992. – с. 1112 – 1117.

- 3 Масленикова Н.Д., Кипаренко Л.М., Буяновская А.Г., Терентьева Е.А. Использование автоматического элементного анализатора фирмы “Карло Эрба” модель ЕА 1106 (Италия) для определения углерода, водорода и азота в элементоорганических соединениях. Журнал аналитической химии, N 3, т. 48, 1993, с. 547 – 554.

Распределение часов курса по темам и видам работ

№ п / п	Тема, раздел	Учебный план, часов			
		Аудиторные занятия		Самостоятельная работа	Итого по темам, часов
		Лекции, кол-во	практические		
1	Проблемы количественного элементного анализа органических соединений (ОС). (Структура курса. Исторический экскурс. Проблемы и достижения элементного анализа ОС)	1			2
2	Методы количественного элементного анализа ОС. Обзор наиболее употребляемых методов (Определение массовой доли углерода, водорода и некоторых гетероэлементов в ОС методом экспресс-гравиметрии. Особенности метода. . Определение массовой доли азота в ОС газометрическим методом.)	4			8
3	Элементный автоматический анализ ОС (Предпосылки создания автоматических анализаторов. Основные принципы автоматических методов «CHN» анализа. Коммерческие анализаторы.	2			4
4	Определение галогенов и серы в ОС методом визуальной титриметрии и спектрофотометрии (Методы ОС.	4			8

	<p>Определение массовой доли фтора в ОС спектрофотометрическим методом.</p> <p>Определение массовой доли хлора или брома (йода) и серы в ОС методом визуального титрования)</p>				
5	<p>Метрологическое обеспечение количественного элементного анализа ОС (Оценка качества результатов анализа. Метрологическое обеспечение методик . количественного химического анализа (МКХА) ОС. Стандартные образцы состава ОС для МКХА. Аттестация МКХА.Характеристик и погрешности результатов измерений)</p>	4			8
6	<p>Общие вопросы организации количествен ного элементного анализа органических соединений. (Организация аналитических работ в лаборатории сервисного количественного элементного анализа ОС. Обобщение материала).</p>	1			2
7	Консультации	1			2
8	Зачет	1			2
	Всего	18			36