

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Астраханский государственный университет имени В. Н. Татищева»
(Астраханский государственный университет им. В. Н. Татищева)

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ОПОП

_____ Ю.А. Очередко

«_21_» __июня_____ 2024_ г.

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой ФиПХ

_____ Джигола Л.А.

от «_21_» __июня__ 2024 г.

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
«СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
(СПЕЦПРАКТИКУМ)»**

Составитель

Шакирова В.В., доцент, к.х.н., доцент

Направление подготовки

04.04.01 ХИМИЯ

Направленность (профиль) ОПОП

НЕФТЕХИМИЯ

Квалификация (степень)

магистр

Форма обучения

Очно-заочная

Год приема

2023

Курс

2

Семестр

3

Астрахань – 2024 г.

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1. Цель освоения дисциплины «Современные методы химического анализа (специализация)» дать теоретические основы и практические навыки использования наиболее важных физических и физико-химических методов анализа, вскрыть области применения, достоинства и недостатки методов.

1.2. Задачи освоения дисциплины знакомство студентов с ключевыми понятиями в физических и физико-химических методах исследований, классификацией и характеристикой современных методов анализа структуры и свойств анализируемых объектов, теоретическими основами и практическими навыками работы на аппаратуре, анализ ТУ и ГОСТов.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП

2.1. Учебная дисциплина «Практикум по физическим и физико-химическим методам исследования в химии» относится к части, формируемая участниками образовательных отношений и осваивается в 3 семестре.

Дисциплина встраивается в структуру ОПОП как с точки зрения преемственности содержания, так и с точки зрения непрерывности процесса формирования компетенций выпускника.

Для изучения данной учебной дисциплины необходимы знания, умения, навыки, формируемые предшествующими дисциплинами: учебный курс логически связан с теоретическими основами неорганической, аналитической, органической химии и предшествует изучению данных разделов химии. Следовательно, «входные» знания и умения обучающегося связаны со знанием теоретических основ вышеобозначенных учебных химических дисциплин и элементарных знаний, и навыков работы в химической лаборатории.

2.2. Для изучения данной дисциплины необходимы следующие знания умения и навыки, формируемые предшествующими учебными дисциплинами:

- неорганическая химия (теоретические основы неорганической химии, способы синтеза неорганических веществ, описание их свойств на основе закономерностей, вытекающих из периодического закона и периодической системы элементов);
- аналитическая химия (роль аналитической химии в системе наук, понятие химического анализа, метрологические основы анализа, применение основных методов химического анализа);
- органическая химия (теоретические основы органической химии, состав, строение и свойства органических соединений, основы органического синтеза и физико-химических методов анализа органических соединений);

Знания: основных теоретических положений и принципов, лежащих в основе физических и физико-химических методов исследований.

Умения: интерпретировать экспериментальные результаты. Использовать экспериментальные методы химии для изучения и количественной характеристики систем.

Навыки: техники безопасности при выполнении работ в лаборатории, регистрации и обработки результатов экспериментов, методами отбора материала для теоретических занятий и лабораторных работ.

2.3. Последующие учебные дисциплины и практики, для которых необходимы знания, умения и навыки, формируемые данной учебной дисциплиной:

- Химико-аналитический контроль в нефтехимии.
- Способы очистки экосистем

3. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование элементов следующих компетенций в соответствии с ФГОС ВО и ОПОП ВО по данному направлению подготовки:

а) УК-1 Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действия

в) ПК-5 Способен проводить критический анализ полученных результатов и оценивать перспективы продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

Таблица 1- Декомпозиция результатов обучения

Код и наименование компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине		
	Знать (1)	Уметь (2)	Владеть (3)
УК-1 Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действия	ИУК-1.1.1 методики поиска, сбора и обработки информации, ИУК – 1.1.2. теоретические основы метода системного анализа	ИУК-1.2.1 применять методики поиска, сбора, обработки информации, для решения поставленных задач ИУК – 1.2.2. применять системный подход для решения поставленных задач ИУК -1.2.3. осуществлять критический анализ и синтез информации, полученной из актуальных источников	ИУК-1.3.1 методами поиска, сбора и обработки информации для решения поставленных задач ИУК -1.3.2. методикой системного подхода для решения поставленных задач ИУК-1.3.3. методами критического анализа и синтеза информации для решения поставленных задач
ПК-5 Способен проводить критический анализ полученных результатов и оценивать перспективы продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.	ИПК-5.1.1 основы критического анализа результатов исследований в выбранной области химии, его достоинства и недостатки	ПК-5.2.1 готовить отдельные разделы отчетов по результатам НИР в выбранной области химии; ПК-5.2.2. формулировать рекомендации по продолжению исследования в выбранной области химии	ПК-5.3.1 навыками анализа полученных результатов и формулировки предложений по оптимизации отдельных стадий технологического процесса

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Объем дисциплины» составляет 2 зачетных единиц, в том числе 18 часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем из них 9 часов лекций, 9 часов – практических и семинарских занятий и 54 часа на самостоятельную работу обучающихся.

Таблица 2 - Структура и содержание дисциплины

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Семестр	Контактная работа (в часах)			Самост. работа		Формы текущего контроля успеваемости, форма промежуточной аттестации (по семестрам)
		Л	ПЗ	ЛР	КР	СР	
Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа	3	1	1			8	Устный опрос.

Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ		2	2			12	Отчет по практической работе. Реферат
Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования		3	3			12	Отчет по практической работе. Решение задач.
Тема 4. Методы разделения и концентрирования		2	2			10	Отчет по практической работе. Устный опрос
Тема 5. Хроматография		1	1			12	Отчет по практической работе. Устный опрос. Контрольная работа
Итого		9	9			54	Зачет

Примечание: Л – лекция; ПЗ – практическое занятие, семинар; ЛР – лабораторная работа; КР – курсовая работа; СР – самостоятельная работа.

Таблица 3 - Матрица соотнесения разделов, тем учебной дисциплины и формируемых компетенций

Разделы, тема дисциплины	Кол-во часов	Код компетенции		Общее количество компетенций
		УК-1	ПК-5	
Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа	10	+	+	2
Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ	16	+	+	2
Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования	18	+	+	2
Тема 4. Методы разделения и концентрирования	14	+	+	2
Тема 5. Хроматография	14	+	+	2
Итого	72			2

Краткое содержание каждой темы дисциплины

Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа. Приёмы определения и основные метрологические характеристики. Аналитический сигнал. Свойства вещества. Получение аналитического сигнала. Классификация методов исследования в химии по принципу получения аналитического сигнала. Классификация инструментальных методов анализа. Измерение аналитического сигнала. Зависимость аналитического сигнала от количественного состава пробы. Приёмы определения неизвестной концентрации в инструментальных методах анализа. Метод градуировочного графика. Метод стандартов (метод молярного свойства). Метод добавок. Инструментальное титрование. Метрологические характеристики инструментальных методов анализа.

Тема 2. Электрохимические методы исследования. Общая характеристика электрохимических методов. Классификация.

Прямая потенциометрия. Измерение потенциала. Обратимые и необратимые окислительно-восстановительные системы. Индикаторные электроды. Ионметрия.

Вольтамперометрия. Сущность метода. Классификация вольтамперометрических методов. Индикаторные электроды. Преимущества и недостатки ртутного электрода. Применение твердых электродов.

Кулонометрия. Теоретические основы. Закон Фарадея. Способы определения количества электричества. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование. Кулонометрия при постоянном токе и постоянном потенциале.

Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования. Спектр электромагнитного излучения. Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмис-

сия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеяние. Классификация спектроскопических методов по природе частиц, взаимодействующих с излучением (атомные, молекулярные); характеру процесса (абсорбционные, эмиссионные); диапазону электромагнитного излучения. Спектры атомов и молекул и их особенности. Основные законы испускания и поглощения электромагнитного излучения. Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого компонента. Основные способы определения концентрации в спектроскопических методах. Аппаратура.

Атомно-эмиссионный метод. Принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрометра. Источники атомизации и возбуждения и их основные характеристики. Качественный и количественный анализ методом атомно-эмиссионной спектрометрии. Метрологические характеристики и аналитические возможности.

Атомно-абсорбционный метод. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрометра. Атомизаторы (пламенные и непламенные). Источники излучения, их характеристики. Возможности, достоинства и недостатки метода. Метрологические характеристики. Примеры практического применения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.

Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия). Способы определения концентрации веществ. Измерение высоких, низких оптических плотностей (дифференциальный метод). Анализ многокомпонентных систем. Метрологические характеристики и аналитические возможности. Примеры практического применения.

Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Классификация видов люминесценции по источникам возбуждения. Флуоресценция и фосфоресценция. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода, сравнение с методом спектрофотометрии.

Нефелометрия и турбидиметрия. Основы для проведения количественных определений, ограничения методов.

Тема 4. Методы разделения и концентрирования. Общие сведения о разделении и концентрировании. Классификация методов разделения и концентрирования (экстракция, осаждение, сорбция). Ионный обмен. Виды ионитов. Реакции ионного обмена. Основные физико-химические характеристики ионитов. Применение ионитов.

Тема 5. Хроматографические методы анализа. Определение хроматографии. Понятие о подвижной и неподвижной фазах. Классификация методов по агрегатному состоянию фаз, по механизму разделения, по технике выполнения. Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный). Параметры удерживания. Основное уравнение хроматографии. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория. Разрешение как фактор оптимизации хроматографического процесса. Качественный и количественный хроматографический анализ.

Газовая хроматография: Газо-адсорбционная (газотвердофазная) и газо-жидкостная. Сорбенты и носители, требования к ним..

Жидкостная хроматография. Виды жидкостной хроматографии. Преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии. Схема жидкостного хроматографа.

Ионообменная хроматография. Строение и физико-химические свойства ионообменников. Ионообменное равновесие. Селективность ионного обмена и факторы, определяющие его. Области применения ионообменной хроматографии.

5. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПРЕПОДАВАНИЮ И ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

5.1. Указания для преподавателей по организации и проведению учебных занятий по дисциплине

Практические (семинарские) занятия не предусмотрены в данном курсе.

Приступая к изучению новой учебной дисциплины, студенты должны ознакомиться с учебной программой, учебной, научной и методической литературой, получить в библиотеке

рекомендованные учебники и учебно-методические пособия, завести новую тетрадь для работы с первоисточниками.

В ходе лекционных занятий вести конспектирование учебного материала. Обращать внимание на категории, формулировки, раскрывающие содержание тех или иных явлений и процессов, научные выводы и практические рекомендации. Желательно оставить в рабочих конспектах поля, на которых делать пометки из рекомендованной литературы, дополняющие материал прослушанной лекции, а также подчеркивающие особую важность тех или иных теоретических положений. Задавать преподавателю уточняющие вопросы с целью уяснения теоретических положений, разрешения спорных ситуаций.

Готовясь к устному опросу, обращаться за методической помощью к преподавателю. Составить план-конспект своего выступления. В ходе занятия внимательно слушать выступления своих однокурсников. При необходимости задавать им уточняющие вопросы. Принимать активное участие в обсуждении учебных вопросов: выступать с докладами, рефератами, обзорами научных статей, отдельных публикаций периодической печати, касающихся содержания темы семинарского занятия. В ходе своего выступления использовать технические средства обучения, доску и мел. С целью более глубокого усвоения изучаемого материала задавать вопросы преподавателю. После подведения итогов устранить недостатки, отмеченные преподавателем.

При подготовке к экзамену (в конце семестра) повторять пройденный материал в строгом соответствии с учебной программой, примерным перечнем учебных вопросов, выносящихся на зачет и содержащихся в данной программе. Использовать литературу, рекомендованную преподавателем. Обратить особое внимание на темы учебных занятий, пропущенных студентом по разным причинам. При необходимости обратиться за консультацией и методической помощью к преподавателю.

Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся:

1. Васильев, В.П. Аналитическая химия. В 2-х кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа : Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - 4-е изд. ; стереотип. - М. : Дрофа, 2004. - 384 с. : ил. - (Высшее образование). - ISBN 5-7107-8746-9 (кн. 2): 67-83, 134-00 : 67-83, 134-00. (23 экз.)
2. Пентин Ю.А.. Физические методы исследования в химии: Доп. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - М. : Мир, 2003. - 683 с. - (Методы в химии). - ISBN 5-03-003470-6: 377-00, 379-63, 205-26 : 377-00, 379-63, 205-26. (31 экз.)

Программное обеспечение и информационные справочные системы:

1. Александрова Т.П., Физико-химические методы анализа. Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2016. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785778228504.html> (ЭБС «Консультант студента»)
2. Руанет В.В. Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ. М.: ГЭОТАР-Медиа, 2016. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439449.html> (ЭБС «Консультант студента»)
3. Ярышев Н.Г., Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе. М.: Прометей, 2015. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785990613461.html> (ЭБС «Консультант студента»)

5.2. Указания для обучающихся по освоению дисциплины

Таблица 4 - Содержание самостоятельной работы обучающихся

Вопросы, выносимые на самостоятельное изучение	Кол-во часов	Формы работы
Тема 1. Инструментальное титрование. Метрологические характеристики инструментальных методов анализа	8	Подготовка к устному опросу по вопросам.

Тема 2. Кулонометрия. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование.	12	Оформление отчета по практической работе. Написание реферата
Тема 3. Атомно-эмиссионный метод. Атомно-абсорбционный метод. Молекулярная люминесцентная спектроскопия.	12	Оформление отчета по практической работе. Решение задач.
Тема 4. Ионный обмен. Основные физико-химические характеристики ионитов.	10	Оформление отчета по практической работе. Подготовка к устному опросу по вопросам
Тема 5. Жидкостная хроматография. Ионообменная хроматография.	12	Оформление отчета по практической работе. Подготовка к устному опросу по вопросам. Подготовка к контрольной работе

5.3. Виды и формы письменных работ, предусмотренных при освоении дисциплины, выполняемые обучающимися самостоятельно. В качестве письменных работ предлагается реферат, отчет по практическим работам и самостоятельное решение задач.

Методические указания по написанию реферата

1. Формулирование темы. Тема должна быть не только актуальной по своему значению, но оригинальной, интересной по содержанию. Тема реферата выбирается по желанию студента из списка, предлагаемого преподавателем. Выбранная тема согласовывается с преподавателем. Тема может быть сформулирована студентом самостоятельно.

2. Подбор и изучение основных источников по теме (как правило, не менее 8- 10). Составление библиографии.

3. Разработка плана реферата. План реферата должен быть авторским. В нем проявляется подход автора, его мнение, анализ проблемы.

4. Написание реферата.

5. Публичное выступление с результатами исследования.

Содержание работы должно отражать

- знание современного состояния проблемы;
- обоснование выбранной темы;
- использование известных результатов и фактов;
- полноту цитируемой литературы, ссылки на работы ученых, занимающихся данной проблемой;

- актуальность поставленной проблемы;

- материал, подтверждающий научное, либо практическое значение в настоящее время.

План реферата должен включать в себя: введение, основной текст и заключение. Во введении аргументируется актуальность выбранной темы, указываются цели и задачи исследования. В нем же можно отразить методику исследования и структуру работы. Основная часть работы предполагает освещение материала в соответствии с планом. Основной текст желательно разбивать на главы и параграфы. В заключении излагаются основные выводы и рекомендации по теме исследования.

Все приводимые в реферате факты и заимствованные соображения должны сопровождаться ссылками на источник информации. Недопустимо просто скомпоновать реферат из кусков заимствованного текста. Все цитаты должны быть представлены в кавычках с указанием в скобках источника и страницы.

Текст реферата необходимо набирать на компьютере на одной стороне листа. Размер левого поля 30 мм, правого - 15-20 мм, верхнего – 20 мм, нижнего – 20 мм. Шрифт – Times New Roman, размер – 14, межстрочный интервал – 1,5. Фразы, начинающиеся с новой строки, печатаются с абзачным отступом от начала строки (1,25 см).

Реферат, выполненный небрежно, неразборчиво, без соблюдения требований по оформлению возвращается студенту без проверки с указанием причин возврата на титульном листе.

Защита тематического реферата может проводиться на выделенном одном занятии в рам-

ках часов учебной дисциплины или конференции или по одному реферату при изучении соответствующей темы, либо по договоренности с преподавателем. Защита реферата студентом предусматривает доклад по реферату не более 5-7 минут, ответы на вопросы оппонента. На защите запрещено чтение текста реферата. Общая оценка за реферат выставляется с учетом оценок за работу, доклад, умение вести дискуссию и ответы на вопросы.

При оценивании реферативной работы будут учитываться следующие пункты: знание и понимание проблемы; умение систематизировать и анализировать материал, четко и обоснованно формулировать выводы; «трудозатратность» (объем изученной литературы, добросовестное отношение к анализу проблемы); самостоятельность, способность к определению собственной позиции по проблеме и к практической адаптации материала, недопустимость (!) прямого плагиата; выполнение необходимых формальностей (точность в цитировании и указании источника текстового фрагмента, аккуратность оформления).

Методические указания по написанию отчета по практической работе

1. Цель и задачи исследования.
2. Краткое описание эксперимента: способы, методы, методики исследования и теоретические положения.
3. Законы, положения, математический аппарат, уравнения реакций. Результаты исследования и расчеты (уравнения должны быть приведены в общем виде и с подставленными данными). Результаты исследования и расчетов должны быть сведены в соответствующие таблицы. Статистическая обработка данных.
4. Графическая обработка экспериментальных данных: графики и схемы должны выполняться только на миллиметровой бумаге. На ось ординат наносится функция, на ось абсцисс – аргумент с указанием единиц измерения. На осях наносится шкала согласно выбранному масштабу. Единицы масштаба должны быть выбраны в соответствии точности отсчета при эксперименте. Координаты экспериментальной точки наносятся только на плоскости и отмечаются точкой. По экспериментальным точкам проводится усредняющая кривая. Выпавшие точки не используются, но показываются. На листе, где выполнен график, должны быть указаны наименование графика (под графиком), условия, сноски. Экспериментальные данные для построения градуировочного графика обрабатываются по методу наименьших квадратов.
5. Анализ экспериментально полученных зависимостей.
6. Выводы.

Работа считается выполненной, если приведены все необходимые расчеты, построены изучаемые зависимости, приведены все структурные формулы изучаемых веществ и образующих соединений, сделаны соответствующие выводы.

Методические рекомендации к решению задач

Пример 1. Содержание Ti в образце стали определяли по светопоглощению его комплекса с H_2O_2 . Для маскировки железа добавили H_3PO_4 . После растворения 0,25 г стали раствор разбавили до 100 мл. В три колбы вместимостью 50 мл поместили по 25 мл этого раствора и добавили: в первую колбу стандартный раствор, содержащий 0,5 мг Ti , растворы H_2O_2 и H_3PO_4 , во вторую – растворы H_2O_2 и H_3PO_4 , в третью – раствор H_3PO_4 (нулевой раствор). Растворы довели до метки и фотометрировали два первых раствора относительно третьего. Получили значения оптической плотности: $A_{x+ст} = 0,65$, $A_x = 0,25$. Рассчитать массовую долю (%) титана в стали.

Решение:

В решении задачи будет использован метод добавок. Находим концентрацию титана, добавленного в первую колбу со стандартным раствором:

$$C_{ст} = 0,5 / 50 = 1 \cdot 10^{-2} \text{ мг/мл},$$

где 0,5 – масса добавленного титана, мг; 50 – объем раствора, мл.

Вычисляем концентрацию титана в исследуемом растворе (колба № 1) по формуле:

$$C_x = C_{ст} \frac{A_x}{A_{x+ст} - A_x}; \quad C_x = 1 \cdot 10^{-2} \frac{0,25}{0,65 - 0,25} = 6,25 \cdot 10^{-3} \text{ мг / мл}$$

Определяем массу титана во взятой навеске:

$$m = \frac{6,25 \cdot 10^{-3} \cdot 50 \cdot 100}{25} = 1,25 \text{ мг} = 1,25 \cdot 10^{-3} \text{ г}$$

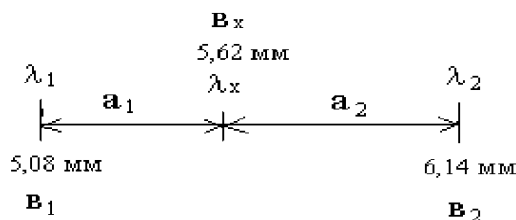
и рассчитываем массовую долю (%):

$$w = \frac{1,25 \cdot 10^{-3} \cdot 100}{25} = 0,5\%$$

Ответ: массовая доля титана в стали равна 0,5%.

Пример 2. Для определения длины волны неизвестной линии спектра (λ_x) были выбраны две линии из спектра железа. С известными длинами волн $\lambda_1 = 3737,1$ и $\lambda_2 = 3745,6$. Отсчеты по измерительной шкале прибора (микроскопа) для этих линий были равны соответственно $S_1 = 5,18$ и $S_2 = 6,24$. Определить длину волны неизвестной линии, если отсчет по шкале прибора для нее равен $S_x = 5,62$.

Решение:



$$\lambda_x = \lambda_1 + \frac{a_1}{a_1 + a_2} (\lambda_2 - \lambda_1)$$

$$a_1 = S_x - S_1 = (5,62 - 5,08) = 0,54 \text{ мм} \quad a_2 = S_2 - S_x = (6,14 - 5,62) = 0,52 \text{ мм}$$

$$\lambda_x = 3737,1 + \frac{0,54}{0,54 + 0,52} (3745,6 - 3737,1) = 3741,4 \text{ нм}$$

Ответ: длина волны неизвестной линии 3741,4 нм.

Пример 3. Определение содержания марганца в стали по методу 3-х эталонов были измерены почернения линий гомологической пары $\lambda_{Fe} = 2936,9\text{Å}$ и $\lambda_{Mn} = 2933,06\text{Å}$. Определить массовую долю марганца в стали, используя следующие данные:

$w_{Mn} \%$	0,33	0,89	3,03	w_x
S_{Fe}	1,33	1,24	1,14	1,08
S_{Mn}	0,95	1,06	1,20	0,96

Решение:

Рассчитаем разность значений почернения линий пары марганец – железо и найдем логарифм значений массовой доли марганца, затем по полученным расчетам построим график зависимости $\lg w$ от ΔS :

$$\Delta S = (S_{Mn} - S_{Fe})$$

$$\Delta S_1 = 0,95 - 1,33 = -0,38$$

$$\Delta S_2 = 1,06 - 1,24 = -0,18$$

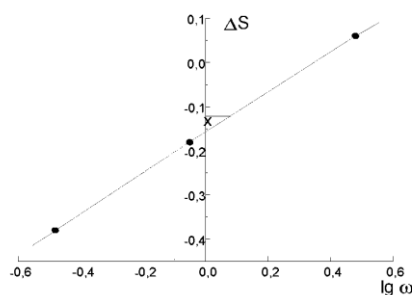
$$\Delta S_3 = 1,20 - 1,14 = -0,06$$

$$\Delta S_4 = 0,96 - 1,08 = -0,12$$

$$\lg w_1 = \lg 0,33 = -0,48$$

$$\lg w_2 = \lg 0,89 = -0,051$$

$$\lg w_3 = \lg 3,03 = 0,48$$



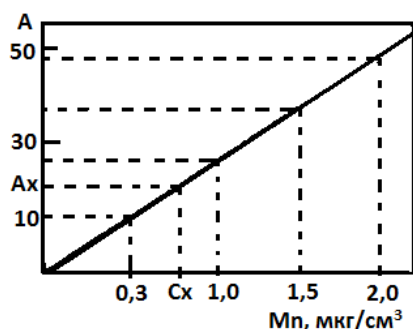
Находим $\lg w_x$ из графика: $\lg w_x = 0,085$, $w_x = 1,21\%$.

Ответ: массовая доля марганца в стали 1,21%.

Пример 4. При определении марганца в алюминии атомно- абсорбционным способом был построен градуировочный график по следующим данным:

Концентрация стандартных растворов Мп, мкг/см ³	0,5	1,0	1,5	2,0
Атомное поглощение Мп при 279,5 нм (число делений)	12	25	37	49

Навеска анализируемого образца массой 0,2 г растворена в смеси кислот и перенесена в мерную колбу вместимостью 100 мл. Атомное поглощение этого раствора составляет 23 деления шкалы. Определить массовую долю марганца в алюминии (в %).



Решение:

По графику, методом интерполяции по величине A_x находим C_x ; получаем $C_x = 0,925$ мкг Мп в 1 см³. Массовая доля марганца в алюминии равна:

$$w(Mn) = \frac{0,925 \cdot 10^{-6} \cdot 100 \cdot 100}{0,2} = 0,0462\%$$

Рис. 3. Градуировочный график в координатах

$C_{ст} - A_{ст}$.

Ответ: массовая доля марганца в алюминии 0,0462%.

Пример 5. При анализе пробы массой 0,9816 г на содержание Со хемилюминесцентным фотографическим методом на одну фотопластинку снимали свечение пробы анализируемого раствора, стандартов и холостого опыта. В ячейки кюветы помещали по 0,5 мл раствора соли Со, прибавляли салицилат натрия (для устранения мешающего действия катионов Си и Fe) и одинаковое количество H₂O₂. Кювету выдерживали до полного прекращения свечения; пластинку фотометрировали. Значение ΔS стандартных растворов, содержащих 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 мкг/мл Со, составили 0,17; 0,28; 0,4; 0,53 соответственно. Вычислите массовую долю (%) кобальта в пробе, если $\Delta S_x = 0,20$.

Решение:

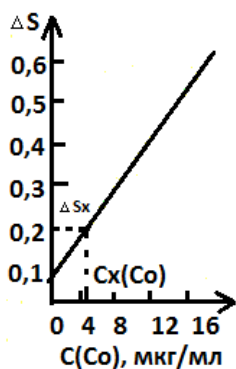


Рис. 4. Градуировочный график в координатах ΔS - C .

В хемилюминесцентном фотографическом методе используется зависимость ΔS – разности почернений пятен в их центрах и фона холостой пробы – от концентрации определяемого элемента. При соблюдении ряда условий эта зависимость близка к линейной.

По графику определяем концентрацию кобальта, равную 5,0 мкг/мл. Массовую долю (%) кобальта в пробе находим по формуле:

$$w(Co) = \frac{m(Co) \cdot 10^{-6} \cdot 100}{m} = \frac{5 \cdot 0,5 \cdot 10^{-6} \cdot 100}{0,9816} = 2,55 \cdot 10^{-4} \%$$

где $m(Co)$ – масса кобальта, мкг; m – навеска пробы, г.

6. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ И ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки реализация компетентностного подхода предусматривает использование в учебном процессе активных и интерактивных форм проведения занятий. (компьютерных симуляций и пр.) в сочетании с внеаудиторной работой с целью формирования и развития требуемых компетенций обучающихся. Возможно применение электронного обучения и дистанционных образовательных технологий.

6.1. Образовательные технологии

В учебном процессе применяются групповые обсуждения при устном опросе, анализ ситуаций и имитационных моделей при заслушивании рефератов. На лабораторных занятиях работа в парах и малых группах.

Учебные занятия по дисциплине могут также проводиться с применением информационно-телекоммуникационных сетей при опосредованном (на расстоянии) интерактивном взаимодействии обучающихся и преподавателя в режимах on-line и/или off-line в формах: лекций-презентаций (с использованием платформы Zoom).

Таблица 5 – Образовательные технологии, используемые при реализации учебных занятий

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Форма учебного занятия		
	Лекция	Лабораторная работа	Практическое занятие, семинар
Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа	Лекция-презентация в online формате	Не предусмотрено	Фронтальный опрос
Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ	Лекция-презентация в online формате	Не предусмотрено	Работа в парах, при выполнении практических работ. Анализ ситуаций при заслушивании рефератов
Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования	Лекция-презентация в online формате	Не предусмотрено	Работа в парах, при выполнении практических работ. Анализ ситуаций и решение задач при сдаче лабораторной работы
Тема 4. Методы разделения и концентрирования	Лекция-презентация в	Не предусмотрено	Работа в парах, при выполнении практических

	online формате		работ. Устный опрос.
Тема 5. Хроматография	Лекция-презентация в online формате	<i>Не предусмотрено</i>	Работа в парах, при выполнении практических работ. Устный опрос

6.2. Информационные технологии

- применяются возможности Интернета в учебном процессе (возможностей электронной почты преподавателя (рассылка заданий, предоставление выполненных работ, ответы на вопросы, ознакомление учащихся с оценками и т.д.))

- при реализации различных видов учебной и внеучебной работы используются следующие информационные технологии: виртуальная обучающая среда (или система управления обучением LMS Moodle «Электронное образование») или иные информационные системы, сервисы и мессенджеры

6.3. Программное обеспечение, современные профессиональные базы данных и информационные справочные систем

6.3.1. Программное обеспечение

- *Лицензионное программное обеспечение*

<i>Наименование программного обеспечения</i>	<i>Назначение</i>
<i>Платформа дистанционного обучения LMS Moodle «Электронное образование»</i>	<i>Виртуальная обучающая среда</i>

6.3.2. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

<i>Наименование современных профессиональных баз данных, информационных справочных систем</i>
Универсальная справочно-информационная полнотекстовая база данных периодических изданий ООО «ИВИС» http://dlib.eastview.com Имя пользователя: AstrGU Пароль: AstrGU
Электронные версии периодических изданий, размещённые на сайте информационных ресурсов www.polpred.com
Электронный каталог Научной библиотеки АГУ на базе MARK SQL НПО «Информ-систем» https://library.asu.edu.ru/catalog/
Электронный каталог «Научные журналы АГУ» https://journal.asu.edu.ru/
Корпоративный проект Ассоциации региональных библиотечных консорциумов (АРБИ-КОН) «Межрегиональная аналитическая роспись статей» (МАРС) – сводная база данных, содержащая полную аналитическую роспись 1800 названий журналов по разным отраслям знаний. Участники проекта предоставляют друг другу электронные копии отсканированных статей из книг, сборников, журналов, содержащихся в фондах их библиотек. http://mars.arbicon.ru

7. ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

7.1. Паспорт фонда оценочных средств

При проведении текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине (модулю) «Современные методы химического анализа (спецпрактикум)» проверяется сформированность у обучающихся компетенций, указанных в разделе 3 настоящей программы. Этапность формирования данных компетенций в процессе освоения образовательной программы определяется последовательным освоением дисциплин и прохождением практик, а в процессе освоения дисциплины – последовательным достижением результатов освоения содержательно связанных между собой разделов, тем.

Таблица 6 - Соответствие разделов, тем дисциплины, результатов обучения по дисциплине и оценочных средств

Контролируемый раздел, тема дисциплины	Код контролируемой компетенции	Наименование оценочного средства
Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа	УК-1, ПК-5	Устный опрос.
Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ	УК-1, ПК-5	Отчет по лабораторной работе. Реферат
Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования	УК-1, ПК-5	Отчет по лабораторной работе. Решение задач
Тема 4. Методы разделения и концентрирования	УК-1, ПК-5	Отчет по лабораторной работе. Устный опрос
Тема 5. Хроматография	УК-1, ПК-5	Отчет по лабораторной работе. Устный опрос. Контрольная работа

7.2. Описание показателей и критериев оценивания компетенций, описание шкал оценивания

Таблица 7 - Показатели оценивания результатов обучения в виде знаний

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	демонстрирует глубокое знание теоретического материала, умение обоснованно излагать свои мысли по обсуждаемым вопросам, способность полно, правильно и аргументированно отвечать на вопросы, приводить примеры
4 «хорошо»	демонстрирует знание теоретического материала, его последовательное изложение, способность приводить примеры, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует неполное, фрагментарное знание теоретического материала, требующее наводящих вопросов преподавателя, допускает существенные ошибки в его изложении, затрудняется в приведении примеров и формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	демонстрирует существенные пробелы в знании теоретического материала, не способен его изложить и ответить на наводящие вопросы преподавателя, не может привести примеры

Таблица 8 - Показатели оценивания результатов обучения в виде умений и владений (для лабораторных работ)

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5	демонстрирует способность применять знание теоретического материала

«отлично»	при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы
4 «хорошо»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует отдельные, несистематизированные навыки, испытывает затруднения и допускает ошибки при выполнении заданий, выполняет задание по подсказке преподавателя, затрудняется в формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	не способен правильно выполнить задания

7.3. Контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения по дисциплине

Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа

1. Вопросы для устного опроса

1. Чувствительность, точность, правильность методов анализа.
2. Расчет доверительного интервала для результатов анализа.
3. Аналитический сигнал. Свойства вещества. Получение аналитического сигнала.
4. Классификация методов химии по принципу получения аналитического сигнала.
5. Классификация инструментальных методов анализа.
6. Измерение аналитического сигнала.
7. Зависимость аналитического сигнала от количественного состава пробы.
8. Приёмы определения неизвестной концентрации в инструментальных методах анализа.
9. Метод градуировочного графика.
10. Метод стандартов (метод молярного свойства).
11. Метод добавок.
12. Инструментальное титрование.
13. Метрологические характеристики инструментальных методов анализа.

Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ

1. Отчет по практической работе

Практическая работа №1. Ионметрическое определение содержания металлов в растворе

Практическая работа №2. Определение pH (активной кислотности) сока

Практическая работа №3. Потенциометрическое титрование соляной кислоты щелочью

2. Темы рефератов

1. Кондуктометрические методы. Прямая кондуктометрия.
2. Кондуктометрическое титрование.
3. Потенциометрические методы анализа.
4. Ион-селективная потенциометрия.
5. Потенциометрическое титрование.
6. Вольтамперометрические виды анализа.
7. Полярография. Современные полярографические методы.
8. Амперометрическое титрование.
9. Электрогравиметрический анализ.

Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы анализа

1. Отчет по лабораторной работе

Практическая работа №1. Фотометрическое определение содержания хрома методом сравнения

Практическая работа №2. Фотометрическое определение цинка методом градуировочного графика

Практическая работа № 3. Определение железа (III) в растворах методом добавок

Практическая работа № 4. Фотометрическое определение марганца и хрома при их совместном присутствии

Практическая работа № 5. Фотометрическое определение цинка методом градуировочного графика

Практическая работа № 6. Анализ смеси красителей с непересекающимися спектрами на фотоколориметре

Практическая работа №7. Определение молекулярной рефракции спиртов

Практическая работа №8. Рефрактометрическое определение концентрации сахарозы в прозрачных сиропах

Практическая работа №9. Рефрактометрическое определение воды в меде

Практическая работа №10. Определение концентрации хлорид-ионов турбидиметрическим методом

2. Решение задач

1. Коэффициент молярного поглощения комплекса $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ при 580 нм равен $6 \cdot 10^3$. Рассчитать оптическую плотность $3 \cdot 10^{-5}$ моль/л раствора комплекса, измеренную при 580 нм в кювете с $l = 2$ см.

2. Рассчитать минимально определяемую массу (в мг) железа (III) по реакции с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при использовании кюветы с толщиной слоя $l = 5$ см; объем окрашенного раствора V равен 5 см^3 ; коэффициент молярного поглощения равен 4000; минимальная оптическая плотность, измеряемая прибором, составляет 0,01.

3. Для определения никеля в катализаторе гидрирования жиров навеску катализатора, равную 0,215 г, растворили, довели до метки в мерной колбе вместимостью 200 см^3 . К 10 см^3 этого раствора добавили тартрата калия-натрия, аммиак, персульфат аммония, диметилглиоксим, подогрели в течение 5 минут, охладили. По градуировочному графику определили, что в анализируемом растворе содержится 2,1 мг никеля. Определить массовую долю никеля в катализаторе.

4. При фотометрическом определении титана с хромотроповой кислотой в растворе, содержащем 0,45 мкг титана в 1 мл, в кювете с толщиной слоя 5 см было получено отклонение по шкале гальванометра 90 мка. Для падающего светового потока отклонение по шкале гальванометра было 155 мка. Определить молярный коэффициент поглощения окрашенного соединения, в котором на атом титана приходится молекула хромотроповой кислоты.

5. Молярный коэффициент поглощения комплекса бериллия с ацетилацетоном в хлороформе для волны 295 нм равен 31600. Какое минимальное содержание бериллия (в %) можно определить в навеске 1 г, растворенной в 50 мл, в кювете с толщиной слоя 5 см, принимая минимальный отсчет по шкале оптической плотности фотоколориметра 0,025? В окрашенном соединении на атом бериллия приходится молекула ацетилацетона.

6. При фотометрическом определении железа в воде по реакции с сульфосалициловой кислотой для стандартных растворов были получены следующие данные:

Содержание железа, %	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Отсчёт по шкале гальванометра Δ	100	87,5	77,5	68,5	59,0	52,5

Построить калибровочные графики в системах координат $\Delta - c$ и $D - c$. Вывести уравнение для второго графика и определить содержание железа по графикам и расчетным путем, если отсчет по шкале гальванометра равен 71,5. По графику $D - c$ оценить точность определения, если точность отсчета по шкале гальванометра 0,5 деления.

7. В спектре пробы между линиями железа $\lambda_1 = 304,26$ нм и $\lambda_2 = 304,58$ нм имеется еще одна линия. Вычислить длину волны этой линии λ_x , если на экране спектропроектора она удалена от первой линии железа на 1,5 мм, а от второй – на 2,4 мм.

8. Определить максимально допустимую ширину входной и выходной щели ($b_{вх}$ и $b_{вых}$) квантометра, позволяющую еще избежать наложения линий спектра основы на линию малой примеси серебра при анализе чистой меди с применением дуги постоянного тока. Предполагается, что в спектре пробы между линиями основы и серебра нет других линий. Обратная линейная дисперсия прибора $D=13\text{Å}/\text{мм}$, увеличение прибора 1,4.

9. Определить массовую долю марганца в % в стали, если при фотометрировании по методу 3-х эталонов были получены следующие данные:

Эталон	1	2	3
$C_{Mn}, \%$	1,20	0,94	0,48
ΔS	0,47	0,39	0,17

Анализируемый образец имеет $\Delta S_x = 0,3$. Ответ: 0,04%.

10. При определении Cd в Si $\Delta S = 0$ соответствовала $w_0 = 1,05 \%$, а для эталона с массовой долей $w_1 = 5,62\%$ $\Delta S_1 = 0,54$. Построить градуировочный график и определить $w(Cd)$ в исследуемом образце, если $\Delta S_x = 0,25$.

11. При нефелометрическом определении бария были приготовлены суспензии $BaSO_4$ из стандартного раствора с концентрацией бария 57,2 мкг/мл и раствора, анализируемого на содержание бария. Кажущаяся оптическая плотность равна соответственно 0,50 и 0,45. Рассчитать концентрацию бария в анализируемом растворе.

12. Для построения градуировочного графика при турбидиметрическом определении хлорид-ионов были приготовлены стандартные суспензии $AgCl$ и измерена их кажущаяся оптическая плотность:

$C \cdot 10^{-5}(Cl^-)$, мг/мл	2	5	10	15
$A_{каж.}$	0,075	0,200	0,400	0,600

Из пробы воды была приготовлена аналогично стандартным суспензия $AgCl$ и измерена ее кажущаяся оптическая плотность, равная 0,45. Определить концентрацию $NaCl$ в воде, мг/мл.

13. Из навески пирита массой 0,609г приготовили 250мл раствора, из 10мл которого после соответствующей обработки получили 100мл суспензии $BaSO_4$ с оптической плотностью 0,55. Во второй аналогичной пробе после добавления 10мл стандартного раствора $BaCl_2$ ($T = 0,004702\text{г/мл}$) оптическая плотность суспензии $BaSO_4$ возросла до 0,85. Определить массовую долю (%) серы в пирите.

14. Интенсивность люминесценции раствора 0,15 г селена составила 0,25 условных единиц. После добавления стандартного раствора, содержащего 50 мкг галлия, интенсивность люминесценции увеличилась до 0,75 условных единиц. Определить содержание галлия в селене (в %), если интенсивность люминесценции холостого раствора равна 0,05 условных единиц.

15. Различные объемы стандартного раствора, содержащего 1 мг меди в 1 мл, после обработки раствором люмогаллиона разбавили водой до 100 мл и измерили интенсивность их люминесценции. Были получены следующие результаты:

Объем стандартного раствора, мл	2	4	6	8	10
Интенсивность люминесценции, условные единицы	22	37	51	65	79

Навеску 1 г металла, содержащего следы меди, растворили в кислоте и разбавили раствор водой до 10 мл. Из 1 мл этого раствора получили 25 мл раствора, интенсивность люминесценции которого составила 43 условные единицы. Определить содержание меди в металле (в %).

Тема 4. Методы разделения и концентрирования

1. Отчет по практической работе

Практическая работа 1. Экстракционнофотометрическое определение анионных ПАВ в водах
Практическая работа 2. Сорбционное концентрирование тяжелых металлов на природных сорбентах

2. Вопросы к устному опросу

1. Назовите основные виды концентрирования.
2. Что такое коэффициент распределения, степень извлечения, коэффициенты разделения?
3. При каких значениях коэффициентов разделения и коэффициентов распределения достигается количественное разделение веществ?
4. Чем отличаются гибридные методы анализа от комбинированных?
5. Дайте определение следующих понятий: экстракция, экстрагент, разбавитель, экстракт.
6. Какие условия необходимо создать для перехода вещества из водной фазы в органическую?
7. Укажите различия между константой и коэффициентом распределения.
8. Для какого типа частиц константа и коэффициент распределения обычно равны?
9. От каких факторов зависит степень извлечения вещества экстракционным методом? Каким образом степень извлечения связана с коэффициентом распределения?
10. Каким должен быть минимальный коэффициент распределения, обеспечивающий извлечение 95% растворенного вещества из 100,0 мл водного раствора экстракцией: 1) двумя порциями по 25,0 мл; 2) пятью порциями по 10,0 мл?
11. Перечислите основные способы осуществления экстракции.
12. Почему экстракция ионизированных органических соединений зависит от pH?
13. Назовите основные типы экстрагентов, используемых для извлечения ионов металлов, и группы экстрагирующихся соединений.
14. Что такое сверхкритический флюид? Какие сверхкритические флюиды чаще всего используют в методе сверхкритической флюидной экстракции?
15. Дайте определение следующих понятий: сорбция, сорбент, элюент.
16. Какие виды взаимодействия существуют между веществом и сорбентом?
17. В каких координатах строят изотермы сорбции?
18. Перечислите основные способы осуществления сорбции.
19. Сформулируйте критерии, по которым выбирают сорбенты для сорбционного концентрирования органических соединений. Приведите примеры таких сорбентов.
20. Сформулируйте критерии, по которым выбирают сорбенты для сорбционного концентрирования ионов металлов. Приведите примеры таких сорбентов.

Тема 5. Хроматография

1. Отчет по практической работе

Практическая работа №1. Хроматографическое разделение смеси ионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Co^{2+}

Практическая работа №2. Ионообменная хроматография. Умягчение жесткой воды

Практическая работа №3. Определение ионов методом ионообменной хроматографии

Практическая работа №4. Разделение красителей на бумаге

Практическая работа №5. Качественный анализ смеси ионов Cu^{2+} и Cd^{2+} методом хроматографии по бумаге

Практическая работа №6. Качественный и количественный анализ смеси органических веществ методом газо-жидкостной хроматографии

2. Вопросы к устному опросу

1. В чем сущность хроматографического разделения по методу: а) газодсорбционной хроматографии; б) газожидкостной хроматографии; в) распределительной жидкостно-жидкостной хроматографии; г) осадочной хроматографии; д) тонкослойной хроматографии; е) ионообменной хроматографии?

2. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов адсорбционной хроматографии?
3. Какие требования предъявляются к адсорбентам и растворителям? Назовите наиболее распространенные растворители и адсорбенты в жидкостно-адсорбционной хроматографии.
4. Какие способы применяют для определения эффективности хроматографических разделений?
5. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов газовой хроматографии?
6. Какие требования предъявляются к жидкой фазе в газожидкостной хроматографии? Какие вещества используют в качестве жидкой фазы, в качестве твердого носителя?
7. Дайте определения следующих понятий: а) высота хроматографического пика; б) ширина хроматографического пика; в) приведенный удерживаемый объем; г) общий удерживаемый объем.
8. В чем сущность качественного хроматографического анализа по величине удерживаемого объема?
9. В чем сущность методов количественного анализа: а) абсолютной калибровки; б) внутренней нормализации (нормировки); в) внутреннего стандарта?
10. В чем сущность ионообменной хроматографии?
11. В чем сущность распределительной хроматографии на бумаге? Дайте определение R_f .
12. На чем основан качественный анализ методами осадочной и распределительной хроматографии на бумаге?
13. Приведите примеры аналитических определений методами осадочной и распределительной хроматографии на бумаге, укажите основные способы измерений при количественных определениях.
14. Каковы области применения, достоинства и недостатки а) тонкослойной хроматографии; б) осадочной хроматографии; в) ионообменной хроматографии

3. Контрольная работа

ВАРИАНТ 1

1. Через колонку с катионитом в H^+ – форме пропущено 200.0 мл раствора, содержащего 2.3500 г технического медного купороса. На нейтрализацию кислоты в каждой порции фильтрата по 50.00 мл затрачено 47.50 мл 0.0920 М раствора КОН. Определить массовую долю меди в растворенной навеске медного купороса.
2. Навеску 2.0000 г образца, содержащего $NaNO_3$, растворили в 100.0 мл воды. 10.00 мл этого раствора пропустили через колонку с катионитом в H^+ – форме, а элюат оттитровали 15.00 мл раствора NaOH с концентрацией $4 \cdot 10^{-3}$ г/мл. Рассчитать массовую долю $NaNO_3$ в образце.
3. Рассчитать удельный удерживаемый объем ксилола, если его приведенное расстояние удерживания на хроматограмме равно 15 мм при скорости движения диаграммной ленты 600 мм/ч, расходе газ-носителя 30 мл/мин., температуре хроматографической колонки 90 °С и массе неподвижной фазы, равной 4 г.
4. При газохроматографическом определении ацетона в смеси, массой 10.5600 г, в качестве внутреннего стандарта использовали метилэтилкетон в количестве 1.0500 г. Определить массовую долю (%) ацетона по следующим данным:

Компонент	ацетон	метилэтилкетон
Площадь пика, мм ²	100	95
Поправочный коэффициент	0.82	1.79

ВАРИАНТ 2

1. Какая масса кобальта останется в растворе, если через колонку, заполненную 5 г катионита, пропустили 200.0 мл раствора $CoSO_4$ с концентрацией 0.05 моль/л? Полная динамическая обменная емкость катионита в данных условиях разделения равна 1.6 мэкв/г.
2. Навеску 1.5000 г образца, содержащего $MgCl_2$, растворили в 200.0 мл воды. 20.00 мл этого раствора пропустили через колонку, заполненную катионитом в H^+ – форме, а элюат оттитровали 12.50 мл КОН с концентрацией 5.6 мг/мл. Рассчитать массовую долю Mg в образце.

3. Рассчитать массовую долю ацетона и этанола в пробе, если высота и полуширина пиков этих компонентов на полученной хроматограмме равны, соответственно: 60 мм и 2 мм; 90 мм и 3 мм.
4. Рассчитать время удерживания компонента, элюирующегося из колонки с 200 т.г. при скорости движения диаграммной ленты 720 мм/ч, если полуширина хроматографического пика составляет 3 мм.

Перечень вопросов и заданий выносимых на зачет

1. Чувствительность, точность, правильность методов анализа. Расчет доверительного интервала для результатов анализа.
2. Аналитический сигнал. Свойства вещества. Получение аналитического сигнала. Классификация методов химии по принципу получения аналитического сигнала. Классификация инструментальных методов анализа.
3. Измерение аналитического сигнала. Зависимость аналитического сигнала от количественного состава пробы. Приёмы определения неизвестной концентрации в инструментальных методах анализа. Метод градуировочного графика. Метод стандартов (метод молярного свойства). Метод добавок. Инструментальное титрование. Метрологические характеристики инструментальных методов анализа.
4. Эмиссионный спектральный анализ. Возбуждение, наблюдение и регистрация линий спектра. Интенсивность спектральной линии. Качественный анализ. Зависимость интенсивности излучения от концентрации. Формула Ломакина – Шайбе. Количественный анализ.
5. Фотометрия пламени. Источники возбуждения излучения. Процессы в пламени. Подавление ионизации и учет анионного эффекта. Блок-схема прибора. Методы калибровочного графика и добавок. Области применения. Достоинства и недостатки метода.
6. Атомно-абсорбционный анализ. Резонансное поглощение атомов. Блок-схема прибора. Источники излучения и способ атомизации анализируемого вещества. Зависимость оптической плотности от концентрации вещества. Чувствительность, селективность, универсальность, экспрессность метода.
7. Молекулярно-абсорбционный анализ. Происхождение окраски аналитических форм. Спектрофотометрическая кривая. Интегральный, средний и максимальный коэффициенты светопоглощения. Закон Бугера – Ламберта – Бера. Оптическая плотность и пропускание. Физические и химические причины отклонений от закона светопоглощения. Влияние различных факторов на величину оптической плотности. Избирательность анализа, маскировка примесей.
8. Экстракционный фотометрический метод.
9. Спектрофотометры и фотоколориметры. Методы фотометрического анализа (уравнивание и сравнение интенсивностей световых потоков). Методы калибровочного графика и добавок. Дифференциальная фотометрия, ее преимущества.
10. Фотометрия светорассеивающих систем. Турбидиметрия и нефелометрия. Фотометрическое и турбидиметрическое титрование.
11. Флуориметрический анализ. Сущность явления флуоресценции. Закономерности флуоресценции. Правило Стокса. Закон Вавилова. Факторы, влияющие на интенсивность флуоресценции, концентрационное тушение. Принципиальная схема осуществления флуориметрических измерений. Качественный и количественный анализ. Чувствительность и воспроизводимость анализа при флуориметрических измерениях.
12. Колебательная спектроскопия. Общие представления о видах аналитических задач, решаемых в ИК-спектроскопии. Качественный и количественный анализ по ИК-спектрам.
13. Кондуктометрические методы. Зависимость электропроводности раствора от различных факторов. Прямая кондуктометрия. Возможности метода. Кондуктометрическое титрование. Принципиальная схема установки для кондуктометрического анализа. Высокочастотное титрование. Сущность и особенности метода.

14. Потенциометрические методы анализа. Системы электродов. Мембранные электроды, их разновидности. Строение стеклянного электрода и зависимость его потенциала от pH. Ион-селективная потенциометрия.
15. Потенциометрическое титрование. Индикаторные электроды. Интегральные и дифференциальные кривые титрования. Автоматическое потенциометрическое титрование. Возможности и недостатки потенциометрии.
16. Вольтамперометрические виды анализа. Полярография. Принципиальная схема полярографа. Система электродов. Ртутный капельный и твердые электроды. Области применения. Полярограммы. Предельный диффузионный ток. Уравнение Ильковича. Уравнение полярографической волны. Потенциал полуволны. Уравнение Гейровского.
17. Амперометрическое титрование. Сущность метода. Принципиальная схема амперометрической установки. Выбор системы электродов.
18. Электрогравиметрический анализ. Общая характеристика метода. Процессы на электродах. Условия электроосаждения. Требования, предъявляемые к осадкам. Внутренний электролиз. Практическое использование метода электрогравиметрии.
19. Классификация хроматографических методов. Фронтальный, элюентный и вытеснительный методы осуществления хроматографического разделения. Хроматограммы (выходные кривые). Зависимость формы выходных кривых от вида изотерм адсорбции.
20. Газовая хроматография. Ее разновидности. Принципиальная схема газового хроматографа. Детекторы. Их классификация. Неподвижная фаза, природа взаимодействия анализируемого вещества с неподвижной фазой. Оптимальный режим хроматографирования. Уравнение Ван-Деемтера. Идентификация в газовой хроматографии.
21. Качественный анализ. Индексы удерживания. Количественный анализ. Методы нормировки, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта. Поправочные коэффициенты. Возможности газовой хроматографии.
22. Жидкостная хроматография. Ионообменная колоночная хроматография. Ионообменное равновесие. Константа ионного обмена, уравнение Никольского. Выходная кривая сорбции, динамическая обменная емкость ионита. Классификация ионообменников. Сорбционные ряды. Применение ионного обмена для очистки, концентрирования и разделения в анализе.
23. Плоскостная хроматография. Распределительная бумажная хроматография. Подвижные фазы. Одномерная, двумерная, круговая бумажная хроматография. Качественный анализ. Коэффициент движения R_f . Эффективность бумажной хроматографии. Проявление пятен. Количественный анализ. Тонкослойная хроматография. Виды неподвижной фазы. Особенности осуществления процесса разделения, идентификации и определения количества анализируемого вещества.
24. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Принципиальная схема жидкостного хроматографа высокого давления. Типы детекторов. Неподвижные фазы: нормальные и обращенные. Элюенты. Фактор емкости, его физический смысл. Эффективность разделения. Уравнение Снайтера. Градиентное элюирование. Связь между эффективностью, селективностью и емкостью колонки. Достоинства и ограничения метода.

Таблица 9 – Примеры оценочных средств с ключами правильных ответов

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
УК-1 Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, выработать стратегию действия ПК-5 Способен проводить критический анализ полученных результатов и оценивать перспективы продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.				
1.	Задание закрытого типа	Метод, основанный на измерении потенциала электрода в анализируемом растворе и после введения	4	1

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время вы- полнения (в минутах)
		известного объёма стандартного раствора, называется 1) метод градуировочного графика 2) метод градуировки электрода 3) метод стандартов 4) метод добавок		
2.		Для чего калибруют рН-метр стандартными буферными растворами 1) снижения влияния жидкостного внутреннего контакта 2) усиления влияния жидкостного внутреннего контакта 3) снижения влияния различия состава и структуры наружного и внутреннего гидрогелей мембраны 4) усиления влияния потенциала асимметрии	1,3	1
3.		В ионометрии роль сильного электролита при использовании метода градуировочного графика заключается в 1) поддержании постоянства ионной силы раствора 2) более быстром установлении потенциала 3) обеспечении электрической проводимости раствора	1	1
4.		В какой области светопоглощения (светопропускания) относительная ошибка фотометрических измерений меньше 2 %? а) в области светопропускания от 25 до 70 %; б) в области светопоглощения от 0,1 до 2; в) в области светопропускания от 0 до 100 %; г) в области светопоглощения от 0,1 до 1.	г	1
5.		Какая волновая характеристика излучения является мерой его интенсивности? а) длина волны; б) амплитуда; в) частота колебаний; г) волновое число.	б	1
6.	Задание открытого типа	Опишите основные этапы фотометрического титрования (косвенной фотометрии).	Фотометрическое титрование выполняется в три этапа: - измерение оптической плотности исследуемой системы в процессе тит-	2-4

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
			рования; - построение кривой фотометрического титрования и определение эквивалентного объема титранта; - расчет концентрации анализируемого вещества по значению эквивалентного объема титранта.	
7.		Опишите методику выбора светофильтра в фотоколориметрии однокомпонентного раствора.	Выбор светофильтра в фотоколориметрии однокомпонентного раствора основан на измерении оптической плотности раствора с различными светофильтрами. По полученным данным выбирается светофильтр, для которого оптическая плотность максимальна.	2-3
8.		Сопоставьте чувствительность ААС и молекулярно-абсорбционной спектроскопии (МАС).	Чувствительность ААС выше молекулярно-абсорбционной спектроскопии, так как коэффициент атомной абсорбции (к) значительно выше молярного коэффициента поглощения (ε).	3-5
9.		Почему в ААС используется резонансное, а не монохроматическое излучение?	В ААС используется резонансное излучение, так как его спектр максимально приближен к атомарному спектру исследуемого элемента, что гарантирует эффективное поглощение света и обеспечивает высокую точность измерений. Монохроматическое излучение в ААС не применяется, так как спектральные полосы монохроматического излучения значительно шире спектральных линий атомов (10^{-4} - 10^{-5} нм), что затрудняет абсорбцию света	3-5
10.		На хроматограмме пентана и гексана время удерживания соединений соответственно 37 и 54 с. Ширина пиков на половине высоты равнялась 4,7 с для пентана и 6,8 с для гексана. Рассчитать степень	Решение: степень разделения рассчитывается по формуле: $K_1 = \frac{V_{R,2} - V_{R,1}}{\mu_{0,5(1)} + \mu_{0,5(2)}}$	3-5

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
		разделения компонентов K_1 .	Подставляя в формулу данные из условия задачи, получаем: $K_1 = \frac{54 - 37}{4,7 + 6,8} = 1,5$ Ответ: степень разделения равна 1,5. Компоненты будут хорошо разделяться.	

7.4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания результатов обучения по дисциплине

Таблица 10 – Технологическая карта рейтинговых баллов по дисциплине

№ п/п	Контролируемые мероприятия	Количество мероприятий / баллы	Максимальное количество баллов	Срок представления
Основной блок				
1.	<i>Отчеты по лабораторным работам</i>	4	32	по расписанию
2.	<i>Защита реферата</i>	4	4	по расписанию
3.	<i>Выполнение решения задач</i>	2	4	
Всего			40	-
Блок бонусов				
4.	<i>Посещение занятий</i>	0,2	3	
5.	<i>Своевременное выполнение всех заданий</i>	0,3	3	
6.	<i>Творческий подход к выполнению заданий</i>	0,1	4	
Всего			10	-
Дополнительный блок**				
7.	<i>Экзамен</i>	50	50	
Всего			50	-
ИТОГО			100	

Таблица 11 – Система штрафов (для одного занятия)

Показатель	Балл
<i>Опоздание на занятие</i>	-0,5
<i>Нарушение учебной дисциплины</i>	-5
<i>Неготовность к занятию</i>	-10
<i>Пропуск занятия без уважительной причины</i>	-0,2

Таблица 12 – Шкала перевода рейтинговых баллов в итоговую оценку за семестр по дисциплине (модулю)

Сумма баллов	Оценка по 4-балльной шкале	
90–100	5 (отлично)	Зачтено
85–89	4 (хорошо)	
75–84		
70–74		

Сумма баллов	Оценка по 4-балльной шкале	
65–69	3 (удовлетворительно)	
60–64		
Ниже 60	2 (неудовлетворительно)	Не зачтено

При реализации дисциплины (модуля) в зависимости от уровня подготовленности обучающихся могут быть использованы иные формы, методы контроля и оценочные средства, исходя из конкретной ситуации.

8. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

8.1. Основная литература

1. Пентин Ю. А. Физические методы исследования в химии: Доп. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - М. : Мир, 2003. - 683 с. - (Методы в химии). - ISBN 5-03-003470-6: 377-00, 379-63, 205-26 : 377-00, 379-63, 205-26. (31 экз.)
2. Руанет В.В. Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ. М.: ГЭОТАР-Медиа, 2016. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439449.html> (ЭБС «Консультант студента»)

8.2. Дополнительная литература

1. Александрова Т.П., Физико-химические методы анализа. Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2016. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785778228504.html> (ЭБС «Консультант студента»)
2. Васильев, В.П. Аналитическая химия. В 2-х кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа : Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - 4-е изд. ; стереотип. - М. : Дрофа, 2004. - 384 с. : ил. - (Высшее образование). - ISBN 5-7107-8746-9 (кн. 2): 67-83, 134-00 : 67-83, 134-00. (23 экз.)
3. Физико-химические методы анализа. Учебно-методическое пособие /О. С. Садомцева, В.В. Шакирова, В.В. Уранова. – Астрахань : Издатель: Сорокин Роман Васильевич, 2015. – 116 с.
4. Ярышев Н.Г., Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе. М.: Прометей, 2015. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785990613461.html> (ЭБС «Консультант студента»)

8.3. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимый для освоения дисциплины:

1. Электронная библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента»: www.studentlibrary.ru

9. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Материально-техническое обеспечение учебной дисциплины включает в себя учебные аудитории для проведения лекционных занятий, оснащенные мультимедийными проекторами для демонстрации учебного материала.

Лабораторный практикум обеспечен лабораторией, химическими реактивами, лабораторной посудой и учебно-научным оборудованием: спектрофотометры ПЭ 5400, ПЭ2300; анализаторы жидкостей рН-метры «Эксперт-001», ионоселективные электроды, центрифуги, магнитные мешалки, рефрактометр, хроматограф «Цвет-500 М».

Рабочая программа дисциплины (модуля) при необходимости может быть адаптирована для обучения (в том числе с применением дистанционных образовательных технологий) лиц с ограниченными возможностями здоровья, инвалидов. Для этого требуется заявление обучающихся, являющихся лицами с ограниченными возможностями здоровья, инвалидами, или их законных представителей и рекомендации психолого-медико-педагогической комиссии. Для инвалидов содержание рабочей программы дисциплины (модуля) может определяться также в соответствии с индивидуальной программой реабилитации инвалида (при наличии).