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
_____ А.Г. Тырков
04 апреля 2024 г.

УТВЕРЖДАЮ
Заведующий кафедрой ХМ
_____Джигола Л.А.
04 апреля 2024 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Практикум по физико-химическим методам исследования в химии

Составитель	**Шакирова В.В., доцент, к.х.н., доцент**
Согласовано с работодателями:	**Ежова И.Н., генеральный директор ООО «НПП Вулкан», Орлова О.В., главный технолог ФГУ «Центр лабораторного анализа и технических измерений по Астраханской области»**
Направление подготовки / специальность	**04.04.01 ХИМИЯ**
Направленность (профиль) / специализация ОПОП	**Химия окружающей среды, химическая экспертиза и экологическая безопасность**
Квалификация (степень)	**бакалавр**
Форма обучения	**очная**
Год приёма	**2024**
Курс	**3**
Семестр	**5**

Астрахань – 2024

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1. Цель освоения дисциплины «Практикум по физические и физико-химические методы исследования в химии» 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 физические и физико-химические методы исследования в химии» относится к обязательной части и осваивается в 5 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:

-Физическая химия,

-Органическая химия,

-Коллоидная химия.

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:

б) общепрофессиональной

ОПК-2. Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием.

ОПК-3. Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием с использованием современной вычислительной техники

Таблица 1. Декомпозиция результатов обучения

Код компетенции	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)		
		Знать (1)	Уметь (2)	Владеть (3)
ОПК-2	ОПК-2.1 Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности; ОПК-2.3 Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе;	теоретические аспекты об устройстве и принципах работы приборов для физико-химического и физического анализа теоретические основы физико-химических и физических методов анализа основы работы с ТУ и ГОСТами	применять теоретические знания при работе с приборами для физико-химического и физического анализа оосуществлять в лабораторных условиях определение количественных характеристик систем и интерпретировать экспериментальные результаты использовать сведения из техпаспорта, работать с ТУ, ГОСТ.	техникой, алгоритмом работы на аппаратуре, предназначенной для физико-химического анализа статистическими методами обработки результатов эксперимента. Методами регистрации и обработки результатов химических экспериментов, методами отбора материала для теоретических занятий и лабораторных работ.
ОПК-3	ОПК-3.1 Применяет теоретические и полуэмпирические модели при решении задач химической направленности; ОПК-3.2 Использует стандартное программное обеспечение при решении задач химической направленности.	теоретические аспекты теоретических и полуэмпирических моделей для физико-химического анализа современные подходы к обработке и представлению результатов химического анализа	применять теоретические знания теоретических и полуэмпирических моделей для физико-химического анализа применять вычислительные технологии при обработке и представлении результатов химического анализа	навыками использования современных теоретических и полуэмпирических методов химии при решении задач научного исследования навыками использования ЭВМ для научных расчетов, моделирования и коммуникаций области неорганической химии

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Общая трудоемкость дисциплины в соответствии с учебным планом составляет 5 зачетных единиц (180 часов).

Трудоемкость отдельных видов учебной работы студентов очной формы обучения приведена в таблице 2.1.

Таблица 2.1. Трудоемкость отдельных видов учебной работы по формам обучения

Вид учебной и внеучебной работы	для очной формы обучения
Объем дисциплины в зачетных единицах	5
Объем дисциплины в академических часах	180
Контактная работа обучающихся с преподавателем (всего), в том числе (час.):	109,25
- занятия лекционного типа, в том числе:	36
- практическая подготовка (если предусмотрена)	-
- занятия семинарского типа (семинары, практические, лабораторные), в том числе:	72
- практическая подготовка (если предусмотрена)	-
- консультация (предэкзаменационная)	1
- промежуточная аттестация по дисциплине	0,25
Самостоятельная работа обучающихся (час.)	70,75
Форма промежуточной аттестации обучающегося (зачет/экзамен), семестр (ы)	экзамен - 5 семестр

Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий и самостоятельной работы, для каждой формы обучения представлено в таблице 2.2.

Таблица 2.2. Структура и содержание дисциплины (модуля)

для очной формы обучения

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Контактная работа, час.							СР, час.	Итого часов	Форма текущего контроля успеваемости, форма промежуточной аттестации *[по семестрам]*
	Л		ПЗ		ЛР		КР / КП			
	Л	в т.ч. ПП	ПЗ	в т.ч. ПП	ЛР	в т.ч. ПП				
Семестр 5.										
Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа	2				4			4	10	Устный опрос.
Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ	8				16			20	44	Отчет по лабораторной работе. Реферат
Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования	12				20			20	52	Отчет по лабораторной работе. Решение задач.
Тема 4. Методы разделения и концентрирования	4				16			10	30	Отчет по лабораторной работе. Устный опрос
Тема 5. Хроматография	10				16			16,7	42,	Отчет по

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Контактная работа, час.							СР, час.	Итого часов	Форма текущего контроля успеваемости, форма промежуточной аттестации *[по семестрам]*
	Л		ПЗ		ЛР		КР / КП			
	Л	в т.ч. ПП	ПЗ	в т.ч. ПП	ЛР	в т.ч. ПП				
								5	75	лабораторной работе. Устный опрос. Контрольная работа
Консультации	**1**									
Контроль промежуточной аттестации	**0,25**									**Экзамен**
ИТОГО за семестр:	**36**				**72**			**70,75**	**178,75**	
Итого за весь период	**36**				**72**			**70,75**	**180**	

Примечание: Л – лекция; ПЗ – практическое занятие, семинар; ЛР – лабораторная работа; ПП – практическая подготовка; КР / КП – курсовая работа / курсовой проект; 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
		ОПК-2	ОПК-3	
Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа	10	+	+	2
Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ	44	+	+	2
Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования	52	+	+	2
Тема 4. Методы разделения и концентрирования	30	+	+	2
Тема 5. Хроматография	42,75	+	+	2
Итого	178,75			

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. Ионометрия.

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: эмиссия (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, соосаждение, 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 занятия проводятся еженедельно. Темы практических занятий и практических заданий заранее сообщаются обучающимся для того, чтобы они имели возможность подготовиться и проработать соответствующие теоретические вопросы дисциплины, вопросы для обсуждения, рассмотреть и проанализировать примеры, проблемы и т.п. В начале каждого практического занятия преподаватель кратко доводит до обучающихся его цель и задачи и обращает внимание студентов на наиболее сложные вопросы, относящиеся к изучаемой теме. После проведения любого вида занятия обучающимся выдаются задания на самостоятельную работу. Выдаваемые задания являются частью учебного материала, который студенты должны освоить за время изучения дисциплины. Самостоятельная работа студентов является важной составной частью процесса освоения любой дисциплины. В процессе самостоятельной работы студент приобретает навыки самоорганизации, самоконтроля, самоуправления и становится активным самостоятельным субъектом учебной деятельности. Самостоятельная работа студентов направлена на решение следующих задач:

- систематизация и закрепление полученных теоретических знаний;
- углубление и расширение теоретических навыков;
- развитие познавательных способностей и активности обучающихся, их творческой инициативы, самостоятельности, ответственности и организованности;
- формирование умения работать со справочной и специальной литературой, базами данных, интернетом;
- развитие самостоятельности мышления, способности к саморазвитию, самосовершенствованию и самореализации.

Одна из основных особенностей обучения в университете заключается в том, что постоянный внешний контроль заменяется самоконтролем, активная роль в обучении принадлежит уже не столько преподавателю, сколько студенту.

5.2. Указания для обучающихся по освоению дисциплины

Самостоятельная работа обучающихся проводится с использованием учебно-методической литературы и интернет-ресурсов. В случае возникновения вопросов они могут быть заданы преподавателю на индивидуальной консультации или по электронной почте.

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, 2019. - 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, 2013. - 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, 2021. 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, 2019. 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, 2022. URL: http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785990613461.html (ЭБС «Консультант студента»)

Таблица 4. Содержание самостоятельной работы обучающихся
для очной формы обучения

Вопросы, выносимые на самостоятельное изучение	Кол-во часов	Формы работы
Тема 1. Инструментальное титрование. Метрологические характеристики инструментальных методов анализа	4	Подготовка к устному опросу по вопросам.
Тема 2. Кулонометрия. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование.	20	Оформление отчета по лабораторной работе. Написание реферата
Тема 3. Атомно-эмиссионный метод. Атомно-абсорбционный метод. Молекулярная люминесцентная спектроскопия.	20	Оформление отчета по лабораторной работе. Решение задач.
Тема 4. Ионный обмен. Основные физико-химические характеристики ионитов.	10	Оформление отчета по лабораторной работе. Подготовка к устному опросу по вопросам
Тема 5. Жидкостная хроматография. Ионообменная хроматография.	16,75	Оформление отчета по лабораторной 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 лабораторным 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 абзацным 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 проводится на выделенном одном занятии в рамках 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 лабораторной 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 образуемых соединений, сделаны соответствующие выводы.

Методические рекомендации к решению задач

Пример 1. Содержание Ti в образце стали определяли по светопогло-щению 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:

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

Определяем массу титана во взятой навеске:

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

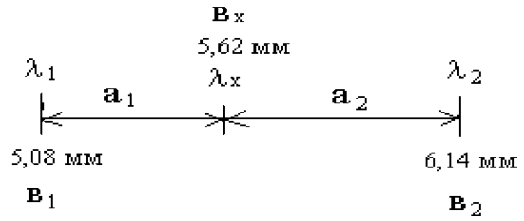
и рассчитываем массовую долю (%):

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

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 $в_x = 5,62$.

Решение:



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

$a_1 = в_x - в_1 = (5,62 - 5,08) = 0,54$ мм *$a_2 = в_2 - в_x = (6,14 - 5,62) = 0,52$ 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 3741,4нм.

Пример 3. Определение содержания марганца в стали по методу 3-х эталонов были измерены почернения линий гомологической пары $\lambda_{Fe} = 2936,9$Å и $\lambda_{Mn} = 2933,06$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 °S:

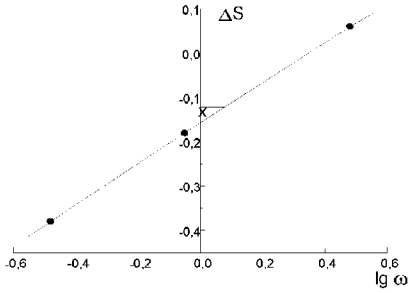
°S = (S_{Mn} ~ S_{Fe})

°S_1 = 0,95 ~ 1,33 = ~ 0,38 lgw_1 = lg 0,33 = ~ 0,48

°S_2 = 1,06 ~ 1,24 = ~ 0,18 lgw_2 = lg 0,89 = ~ 0,051

°S_3 = 1,20 ~ 1,14 = ~ 0,06 lgw_3 = lg 3,03 = 0,48

°S_4 = 0,96 ~ 1,08 = ~ 0,12



Находим lgw_x из графика: lgw_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 Mn, мкг/см^3	0,5	1,0	1,5	2,0
Атомное поглощение Mn 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 %).

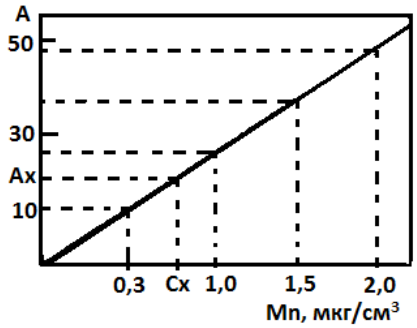


Рис. 3. Градуировочный график в координатах $C_{ст}$ ~ $A_{ст}$.

Решение:

По графику, методом интерполиции по величине A_x находим C_x; получаем C_x = 0,925 мкг Mn в 1 см^3. Массовая доля марганца в алюминии равна:

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

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

Пример 5. При анализе пробы массой 0,9816 г на содержание Co 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 Co, прибавляли салицилат натрия (для устранения мешающего действия катионов Cu и Fe) и одинаковое количество H_2O_2. Кювету выдерживали до полного прекращения свечения; пластинку фотометрировали. Значение ΔS стандартных растворов, содержащих 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 мкг/мл Co, составили 0,17; 0,28; 0,4; 0,53 соответственно. Вычислите массовую долю (%) кобальта в пробе, если $\Delta S_x = 0,20$.

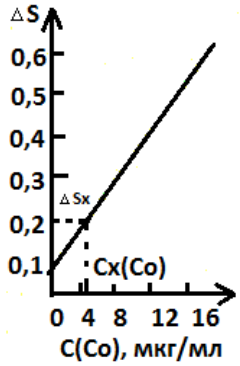


Рис. 4. Градуировочный график в координатах *ΔS - c*.

Решение:

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	Практическое занятие, семинар	Лабораторная работа
Тема 1. Введение. Классификация и характеристика методов анализа	Лекция-презентация в online формате	*Не предусмотрено*	Фронтальный опрос
Тема 2. Электрохимические методы исследования	Лекция-презентация в	*Не предусмотрено*	Работа в парах, при выполнение

веществ	online формате		лабораторных 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 выполнение лабораторных работ. Анализ ситуаций и решение задач при сдаче лабораторной работы
Тема 4. Методы разделения и концентрирования	Лекция-презентация в online формате	*Не предусмотрено*	Работа в парах, при выполнение лабораторных работ. Устный опрос.
Тема 5. Хроматография	Лекция-презентация в online формате	*Не предусмотрено*	Работа в парах, при выполнение лабораторных 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

Наименование программного обеспечения	*Назначение*
Платформа дистанционного обучения LMS Moodle «Электронное образование»	*Виртуальная обучающая среда*

6.3.2. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

Наименование современных профессиональных баз данных, информационных справочных систем
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/

Наименование современных профессиональных баз данных, информационных справочных систем
Электронный каталог «Научные журналы АГУ» https://journal.asu.edu.ru/
Корпоративный проект Ассоциации региональных библиотечных консорциумов (АРБИКОН) «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
Справочная правовая система КонсультантПлюс. Содержится огромный массив справочной правовой информации, российское и региональное законодательство, судебную практику, финансовые и кадровые консультации, консультации для бюджетных организаций, комментарии законодательства, формы документов, проекты нормативных правовых актов, международные правовые акты, правовые акты, технические нормы и правила. http://www.consultant.ru

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) «**Практикум по физические и физико-химические методы исследования в химии»** 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	ОПК-2, ОПК-3	Устный опрос.
Тема 2. Электрохимические методы исследования веществ	ОПК-2, ОПК-3	Отчет по лабораторной работе. Реферат
Тема 3. Спектроскопические и другие оптические методы исследования	ОПК-2, ОПК-3	Отчет по лабораторной работе. Решение задач
Тема 4. Методы разделения и концентрирования	ОПК-2, ОПК-3	Отчет по лабораторной работе. Устный опрос
Тема 5. Хроматография	ОПК-2, ОПК-3	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 «удовлетвори тельно»	демонстрирует неполное, фрагментарное знание теоретического материала, требующее наводящих вопросов преподавателя, допускает существенные ошибки в его изложении, затрудняется в приведении примеров и формулировке выводов
2 «неудовлетво рительно»	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 «отлично»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала 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 «удовлетвори тельно»	демонстрирует отдельные, несистематизированные навыки, испытывает затруднения и допускает ошибки при выполнении заданий, выполняет задание по подсказке преподавателя, затрудняется в формулировке выводов
2 «неудовлетво рительно»	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 лабораторной работе

Лабораторная работа №1. Ионометрическое определение содержания металлов в растворе
Лабораторная работа №2. Определение pH (активной кислотности) сока
Лабораторная 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

Лабораторная работа №1. Фотометрическое определение содержания хрома методом сравнения
Лабораторная работа №2. Фотометрическое определение цинка методом градуировочного графика
Лабораторная работа № 3. Определение железа (III) в растворах методом добавок
Лабораторная работа № 4. Фотометрическое определение марганца и хрома при их совместном присутствии
Лабораторная работа № 5. Фотометрическое определение цинка методом градуировочного графика
Лабораторная работа № 6. Анализ смеси красителей с непересекающимися спектрами на фотоколориметре
Лабораторная работа №7. Определение молекулярной рефракции спиртов
Лабораторная работа №8. Рефрактометрическое определение концентрации сахарозы в прозрачных сиропах
Лабораторная работа №9. Рефрактометрическое определение воды в меде
Лабораторная работа №10. Определение концентрации хлорид-ионов турбидиметрическим методом

2. Решение задач

1. Коэффициент молярного поглощения комплекса $Fe(SCN)^{2+}$ 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 λ_1 = 304,26 нм и λ_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=13Å /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 ΔS_x = 0,3. *Ответ: 0,04%.*

10. При определении Cd в Si ΔS = 0 соответствовала w_0 = 1,05 %, а для эталона с массовой долей w_1 = 5,62% ΔS_1 = 0,54. Построить градуировочный график и определить w(Cd) в исследуемом образце, если ΔS_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 = 0,004702г/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 лабораторной работе

Лабораторная работа 1. Экстракционнофотометрическое определение анионных ПАВ в водах
Лабораторная 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, коэффициентов 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 лабораторной работе

Лабораторная работа №1.Хроматографическое разделение смеси ионов Fe^{3+}, Cu^{2+}, Co^{2+}
Лабораторная работа №2. Ионообменная хроматография. Умягчение жесткой воды
Лабораторная работа №3. Определение ионов методом ионообменной хроматографии
Лабораторная работа №4.Разделение красителей на бумаге
Лабораторная работа №5. Качественный анализ смеси ионов Cu^{2+} и Cd^{2+} методом хроматографии по бумаге
Лабораторная 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) газоадсорбционной 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 газа-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.т. при скорости движения диаграммной ленты 720 мм/ч, если полуширина хроматографического пика составляет 3 мм.

Перечень вопросов и заданий выносимых на экзамен

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 флуресценции. 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 количественый 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 Снайдера. 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)
ОПК-2. Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием				
1.	Задание закрытого типа	Метод, основанный на измерении потенциала электрода в анализируемом растворе и после введения известного объёма стандартного раствора, называется 1) метод градуировочного графика 2) метод градуировки электрода 3) метод стандартов 4) метод добавок	4	1
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 %;	г	1

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
		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.		
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 титрования; - построение кривой фотометрического титрования и определение эквивалентного объема титранта; - расчет концентрации анализируемого вещества по значению эквивалентного объема титранта.	2-4
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	3-5

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
			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	
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 разделения компонентов K_1.	Решение: степень разделения рассчитывается по формуле: $K_1 = \frac{V_{R,2} - V_{R,1}}{\mu_{0,5(1)} + \mu_{0,5(2)}}$ 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.	3-5
ОПК-3. Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием с использованием современной вычислительной техники				
1.	Задание закрытого типа	Какой СМА не может быть использован для определения качественного состава вещества? а) атомно-эмиссионная спектроскопия; б) молекулярно-абсорбционная ИК-спектроскопия; г) фотоколориметрия; д) спектрофотометрия.	г	2
2.		Какой СМА обладает высокой чувствительностью и селективностью? а) атомно-абсорбционная спектроскопия; б) молекулярно-абсорбционная	а	2

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
		спектроскопия; г) фотоколориметрия; д) атомно-эмиссионная спектроскопия.		
3.		Чему равна оптическая плотность раствора со светопропусканием 50%? а) 1,3; б) 0,75; в) 0,30; г) 2,5. Ответ подтвердите расчетами	в	2
4.		От чего не зависит молярный коэффициент поглощения? а) от температуры; б) от природы поглощающего вещества; в) от длины волны падающего света; г) от концентрации.	г	2
5.		В какой среде проводятся фотометрические реакции ионов металлов с анионами сильных кислот? а) в нейтральной среде; б) при любом значении pH; в) в кислых средах; г) в щелочной среде.	в	2
6.	Задание открытого типа	Назовите оптический диапазон электромагнитного излучения и укажите его составляющие.	Оптический диапазон электромагнитного излучения составляет от 200 до 1100 нм и включает УФ, видимое, ИК излучение	2-4
7.		Дайте определение электромагнитного излучения.	Электромагнитное излучение – это вид энергии, которая распространяется со скоростью света ($U=3\cdot10^8$м/с) и имеет корпускулярно-волновую природу.	2-4
8.		Какова природа испускания и поглощения рентгеновского излучения? Объясните природу поглощения ИК излучения. .	Испускание и поглощение рентгеновского излучения происходит в результате перемещения электронов на внешних и внутренних энергетических подуровнях. При поглощении веществом ИК излучения световая энергия переходит в энергию колебания атомов и вращательного	3-5

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
			движения молекул	
9.		Дайте определение спектра электромагнитного излучения.	Спектр электромагнитного излучения – это упорядоченная совокупность спектральных линий, которая соответствует распределению интенсивности испускаемого излучения по длине волны или частоте	2-4
10.		Какие зависимости отражают спектры электромагнитного поглощения и излучения?	Спектр электромагнитного поглощения отражает зависимость оптической плотности или коэффициента пропускания анализируемого объекта от длины волны или частоты поглощаемого им монохроматического излучения. Спектр электромагнитного излучения отражает зависимость интенсивности (плотности) излучения от длины волны или частоты испускаемого света	3-5

7.4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности.

Таблица 10. Технологическая карта рейтинговых баллов по дисциплине

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

№ п/п	Контролируемые мероприятия	Количество мероприятий / баллы	Максимальное количество баллов	Срок представления
Основной блок				
Дополнительный блок**				
7.	*Экзамен*	50	50	
Всего			**50**	-
ИТОГО			**100**	

Таблица 11. Система штрафов (для одного занятия)

Показатель	Балл
Опоздание на занятие	-0,5
Нарушение учебной дисциплины	-5
Неготовность к занятию	-10
Пропуск занятия без уважительной причины	-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		
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, 2013. - 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, 2019. 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, 2021. 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, 2019. - 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, 2022. URL: http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785990613461.html (ЭБС «Консультант студента»)

8.3. Перечень ресурсов информационно-телекомуникационной 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 pH-метры «Эксперт-001», ионоселективные электроды, центрифуги, магнитные мешалки, рефрактометр, хроматограф «Цвет-500 М».

10. ОСОБЕННОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ) ПРИ ОБУЧЕНИИ ИНВАЛИДОВ И ЛИЦ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ

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. При обучении лиц с ограниченными возможностями здоровья учитываются их индивидуальные психофизические особенности. Обучение инвалидов осуществляется также в соответствии с индивидуальной программой реабилитации инвалида (при наличии).

Для лиц с нарушением слуха возможно предоставление учебной информации в визуальной форме (краткий конспект лекций; тексты заданий, напечатанные увеличенным шрифтом), на аудиторных занятиях допускается присутствие ассистента, а также сурдопереводчиков и тифлосурдопереводчиков. Текущий контроль успеваемости осуществляется в письменной форме: обучающийся письменно отвечает на вопросы, письменно выполняет практические задания. Доклад (реферат) также может быть представлен в письменной форме, при этом требования к содержанию остаются теми же, а требования к качеству изложения материала (понятность, качество речи, взаимодействие с аудиторией и т. д.) заменяются на соответствующие требования, предъявляемые к письменным работам (качество оформления текста и списка литературы, грамотность, наличие иллюстрационных материалов и т. д.). Промежуточная аттестация для лиц с нарушениями слуха проводится в письменной форме, при этом используются общие критерии оценивания. При необходимости время подготовки к ответу может быть увеличено.

Для лиц с нарушением зрения допускается аудиальное предоставление информации, а также использование на аудиторных занятиях звукозаписывающих устройств (диктофонов и т. д.). Допускается присутствие на занятиях ассистента (помощника), оказывающего обучающимся необходимую техническую помощь. Текущий контроль успеваемости

осуществляется в устной форме. При проведении промежуточной аттестации для лиц с нарушением зрения тестирование может быть заменено на устное собеседование по вопросам.

Для лиц с ограниченными возможностями здоровья, имеющих нарушения опорно-двигательного аппарата, на аудиторных занятиях, а также при проведении процедур текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации могут быть предоставлены необходимые технические средства (персональный компьютер, ноутбук или другой гаджет); допускается присутствие ассистента (ассистентов), оказывающего обучающимся необходимую техническую помощь (занять рабочее место, передвигаться по аудитории, прочитать задание, оформить ответ, общаться с преподавателем).