

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Владимирский государственный университет
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»
(ВлГУ)



Проректор по УМР

А.А.Панфилов

« 28 » 10 2015 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Современные методы исследования в химии

Направление подготовки **04.04.01 Химия**
Профиль подготовки **Химия окружающей среды, химическая
экспертиза и экологическая безопасность**

Уровень высшего образования **магистратура**

Форма обучения **Очная**

| Семестр | Трудоемкость зач. ед. час | Лекции, час | Лаборат. работы, час | СРС, час. | Форма промежуточного контроля экз./зачет |
|--------------|---------------------------------|----------------|----------------------------|--------------|---|
| 3 | 8 288 | 36 | 54 | 162 | Экзамен (36) |
| Итого | 8 288 | 36 | 54 | 162 | Экзамен (36) |

Владимир 20__ г.

Мед

1. ЦЕЛИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Целью освоения дисциплины является обучение студентов теоретическим и практическим основам химических, физико-химических и физических методов количественного анализа и идентификации веществ.

Задача дисциплины состоит в том, что на основании полученных теоретических знаний и практического овладения методами анализа, а также методами расчета результатов эксперимента, студенты могли правильно выбирать методы исследования веществ в соответствии с поставленной перед ними проблемой, разработать схему анализа, практически провести его и интерпретировать полученные результаты.

В результате изучения дисциплины обучающийся должен:

- понимать роль химического анализа;
- знать место аналитической химии в системе наук;
- владеть метрологическими основами анализа;
- знать существо реакций и процессов, используемых в аналитической химии, принципы и области использования основных методов химического анализа (химических, физико-химических, физических);
- иметь представление об особенностях объектов анализа;
- владеть методологией выбора методов анализа, иметь навыки их применения.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП ВО

Дисциплина «Современные методы химического анализа» относится к базовой части учебного плана дисциплин по направлению подготовки 04.04.01 Химия (квалификация «магистр»), информационно и логически связана со следующими дисциплинами:

- неорганическая химия (свойства неорганических веществ и химических элементов);
- органическая химия (свойства органических веществ, органические реагенты, комплексы неорганических веществ с органическими лигандами);
- физическая химия (электрохимия, полярография, кулонометрия, потенциометрия, сорбционные процессы);
- физика (оптика, атомная спектроскопия, электричество);
- математика (методы математической статистики).

Освоение данной дисциплины необходимо как предшествующее для следующих дисциплин: «Безопасность жизнедеятельности», «Химическая технология» (базовая часть); «Хроматография», «Химический анализ объектов окружающей среды», «Химия специальных веществ», «Химия окружающей среды» (вариативная часть).

3. КОМПЕТЕНЦИИ ОБУЧАЮЩЕГОСЯ, ФОРМИРУЕМЫЕ В РЕЗУЛЬТАТЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

В результате освоения дисциплины обучающийся должен демонстрировать следующие результаты обучения:

Знать: нормы техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях (ОПК-3).

Владеть: теорией и навыками практической работы в избранной области химии (ПК-2);

способностью участвовать в научных дискуссиях и представлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций (ПК-4);

готовностью использовать современную аппаратуру при проведении научных исследований (ПК-3)

Уметь: реализовать нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях (ОПК-2)

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Общая трудоемкость дисциплины составляет 8 зачетных единиц, 288 часов.

| № | Разделы дисциплины | Семестр | Неделя семестра | Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах) | | | | | | Объем учебной работы, с применением интерактивных методов (в часах/%) | Формы текущего контроля успеваемости (по неделям семестра), форма промежуточной аттестации (по семестрам) | |
|--------------|--|----------|-----------------|--|--------------|----------|--------------|--------------|-------------|---|---|---------------------|
| | | | | Лекции | Консультации | Семинары | Практические | Лабораторные | Контрольные | | | СРС |
| 1. | Введение | 3 | 1 | 2 | | | | | | 2 | 2/100 | |
| 2. | Методы хромато-масс-спектромерии | 3 | 2,3 | 10 | | | | | | 70 | 4/40 | Рейтинг-контроль №1 |
| 3. | Методы ВЭЖХ в исследовании, тандемная ВЭЖХ | 3 | 7,8 | 10 | | | | 24 | | 52 | 14/41 | Рейтинг-контроль №2 |
| 4. | Масс-спектрометрия в анализе неорганических и органических веществ | 3 | 9 | 16 | | | | 30 | | 40 | 7/15 | Рейтинг-контроль №3 |
| Всего | | 3 | | 36 | | | | 54 | | 162 | 27/30 | Экз. (36) |

| Разделы дисциплины | Количество часов | Компетенции | | | | | Общее количество компетенций |
|---|------------------|-------------|------|------|-------|-------|------------------------------|
| | | ПК-2 | ПК-3 | ПК-4 | ОПК-1 | ОПК-3 | |
| Введение | 4 | | | | | | 0 |
| Метрологические основы химического анализа | 8 | + | | | + | | 2 |
| Высокоэффективная жидкостная хроматография с различными детекторами | 12 | + | + | + | + | + | 5 |
| Газовая хроматография с различными детекторами | 60 | + | + | + | + | + | 5 |
| Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой | 86 | + | | + | + | + | 4 |
| Методы атомной спектроскопии | 14 | + | + | + | | | 3 |
| Итого | 252 | 5 | 3 | 4 | 4 | 3 | 19 |
| Вес компетенции | | 1 | 0,6 | 0,8 | 0,8 | 0,6 | |

Разделы дисциплины

1. Введение

Современное состояние и тенденции развития аналитической химии: инструментализация, автоматизация, математизация, миниатюризация, увеличение доли физических методов, переход к многокомпонентному анализу, создание сенсоров и тест-методов.

2. Метрологические основы химического анализа

Основные метрологические понятия и представления: измерение, методы и средства измерений, метрологические требования к результатам измерений, основные принципы и

способы обеспечения достоверности результатов измерений, погрешности. Основные стадии химического анализа. Выбор метода анализа и составление схем анализа. Абсолютные (безэталоные) и относительные методы анализа. Аналитический сигнал и помехи. Объем информации в аналитическом сигнале. Способы определения содержания по данным аналитических измерений.

Основные характеристики метода анализа: правильность и воспроизводимость, коэффициент чувствительности, предел обнаружения, нижняя и верхняя границы определяемых содержаний. Классификация погрешностей анализа. Систематические и случайные погрешности. Погрешности отдельных стадий химического анализа. Способы оценки правильности: использование стандартных образцов, метод добавок, метод варьирования навесок, сопоставление с другими методами. Стандартные образцы, их изготовление, аттестация и использование. Статистическая обработка результатов измерений. Закон нормального распределения случайных ошибок, t - и F -распределения. Среднее, дисперсия, стандартное отклонение. Проверка гипотезы нормальности, гипотезы однородности результатов измерений. Способы оценки правильности. Стандартные образцы. Сравнение дисперсии и средних двух методов анализа. Регрессионный анализ. Использование метода наименьших квадратов для построения градуировочных графиков.

Требования к метрологической оценке в зависимости от объекта и цели анализа. Способы повышения воспроизводимости и правильности анализа. Организация и методология метрологического обеспечения деятельности аналитической службы. Аккредитация аналитических лабораторий. Поверка аппаратуры, аттестация нестандартных средств измерений и методик анализа.

Определение хроматографии. Понятие о подвижной и неподвижной фазах. Классификация методов по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по механизму разделения, по технике выполнения. Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный). Основные параметры хроматограммы. 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 (газо-твердофазная) и газо-жидкостная хроматография. Сорбенты и носители, требования к ним. Механизм разделения. Схема газового хроматографа. Колонки. Детекторы, их чувствительность и селективность. Области применения газовой хроматографии.

Жидкостная хроматография. Виды жидкостной хроматографии. Преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Схема жидкостного хроматографа. Насосы, колонки. Основные типы детекторов, их чувствительность и селективность.

Адсорбционная жидкостная хроматография. Нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты. Полярные и неполярные неподвижные фазы и принципы их выбора. Модифицированные силикагели как сорбенты. Подвижные фазы и принципы их выбора. Области применения адсорбционной жидкостной хроматографии.

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

хроматография как вариант высокоэффективной ионообменной хроматографии. Особенности строения и свойства сорбентов для ионной хроматографии. Одноколоночная и двухколоночная ионная хроматография, их преимущества и недостатки. Ионохроматографическое определение катионов и анионов. Ион-парная и лигандообменная хроматография. Общие принципы. Подвижные и неподвижные фазы. Области применения.

Эксклюзионная хроматография. Общие принципы метода. Подвижные и неподвижные фазы. Особенности механизма разделения. Определяемые вещества и области применения метода.

3. Спектроскопические методы анализа

Спектр электромагнитного излучения. Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмиссия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеяние. Классификация спектроскопических методов по энергии. Классификация спектроскопических методов на основе спектра электромагнитного излучения: атомная, молекулярная, абсорбционная, эмиссионная спектроскопия.

Спектры атомов. Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы. Правила отбора. Законы испускания и поглощения. Вероятности электронных переходов и времена жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина.

Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Представление о полной энергии молекул как суммы электронной, колебательной и вращательной. Основные законы поглощения электромагнитного излучения (Бугера) и закон излучения (Ломакина-Шейбе). Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого соединения.

Аппаратура. Способы монохроматизации лучистой энергии. Классификация спектральных приборов их характеристики. Приемники излучения. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум; оценка минимального аналитического сигнала.

3.1. Методы атомной оптической спектроскопии

Атомно-эмиссионный метод. Источники атомизации и возбуждения: электрические разряды (дуговые, искровые, пониженного давления), пламена, плазмотроны, индуктивно-связанная плазма, лазеры; их основные характеристики. Физические и химические процессы в источниках атомизации и возбуждения.

Спектрографический и спектрометрический методы анализа, их особенности, области применения. Качественный и количественный анализ методом эмиссионной спектрометрии пламени. Основная аппаратура: спектрографы, квантометры. Пламенные фотометры и спектрофотометры. Метрологические характеристики и аналитические возможности.

Атомно-флуоресцентный метод. Принцип метода; особенности и применение.

Атомно-абсорбционный метод. Атомизаторы (пламенные и непламенные). Источники излучения (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра, лазеры), их характеристики. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения.

Метрологические характеристики, возможности, преимущества и недостатки метода, его сравнение с атомно-эмиссионным методом.

Примеры практического применения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.

2.3. Методы атомной рентгеновской спектроскопии

Рентгеновские спектры, их особенности. Способы генерации, монохроматизации и регистрации рентгеновского излучения. Виды рентгеновской спектроскопии: рентгеноэмиссионная, рентгеноабсорбционная, рентгенофлуоресцентная. Принцип рентгеноэмиссионной спектроскопии; рентгеноспектральный микроанализ (электронный зонд). Основы рентгенофлуоресцентной спектроскопии; особенности и значение метода (быстрый неразрушающий многоэлементный анализ); примеры использования.

имическом анализе.

2.4. Другие физические методы анализа

Масс-спектрометрия. Идентификация и определение органических веществ; элементный и изотопный анализ. Хромато-масс-спектрометрия. Общие представления о резонансных (ЭПР-, ЯМР-, Мессбауэровская спектроскопия) и ядерных методах.

6. ОЦЕНОЧНЫЕ СРЕДСТВА ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ УСПЕВАЕМОСТИ, ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ИТОГАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ И УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ

Рейтинг-контроль №1

1. Поясните следующие термины: стационарное состояние, энергетические уровни, основное (нормальное) состояние, возбужденное состояние, поглощение, испускание, фотон, длина волны, частота, волновое число, спектральная линия, интенсивность спектральной линии, заселенность энергетических уровней, спектр поглощения, спектр испускания.

2. Объясните происхождение спектров испускания (эмиссионные) и поглощения (абсорбционные) атомов, молекул, ионов, ядер с позиций квантовой теории.

3. Какими величинами характеризуются линии или полосы, наблюдаемые в спектрах испускания или поглощения?

4. Какие типы переходов в молекуле вызываются поглощением а) ультрафиолетового, б) видимого, в) инфракрасного излучения?

5. Какой области спектра соответствует излучение с длиной волны а) 703 нм, б) 11,5 см, в) 3,68 мкм, г) 9.25 \AA ? Каким энергетическим переходам оно отвечает? Какие методы анализа основаны на этих переходах?

6. Какие энергетические уровни и переходы изучают в а) атомной спектроскопии, б) молекулярной спектроскопии, в) ядерной спектроскопии?

7. Для каких систем характерно появление а) линейчатых спектров, а) полосатых спектров?

8. Какой интервал длин волн отвечает оптическому спектральному диапазону?

9. Какие из указанных частиц имеют в спектре линии, а какие полосы: K^+ , Na, CO, Ag, N_2 , $Ba(OH)_2$, MnO_4^- , CH_3 ?

10. Рассчитайте частоту (Гц) и волновое число ν (cm^{-1}), соответствующие каждой из перечисленных ниже длин волн электромагнитного излучения: 1) 400 нм, 2) 17 \AA , 3) 0,030 см, 4) $1,3 \cdot 10^{-7}$, 5) 6,1 мкм.

11. Рассчитайте длину волны (нм) и волновое число (cm^{-1}) для каждой из перечисленных ниже частот электромагнитного излучения (Гц): 1) $1,97 \cdot 10^9$, 2) $4,75 \cdot 10^{13}$, 3) $6,23 \cdot 10^{15}$, 4) $9,56 \cdot 10^{19}$.

12. Согласно определению 13-й Генеральной конференции по мерам и весам 1 секунда равна $9\ 192\ 631\ 770$ периодам излучения, соответствующего энергетическому переходу между двумя сверхтонкими уровнями изотопа ^{133}Cs . Рассчитайте частоту (Гц), волновое число (cm^{-1}) и длину волны (нм, мкм) этого перехода.

13. Найдите волновые числа, отвечающие энергиям переходов: а) 100 Дж.моль^{-1} , б) 1 эВ, в) 1 ккал.моль $^{-1}$.

15. Вычислите длину волны излучения, поглощаемого молекулой, если энергия молекулярного перехода в расчете на 1 моль равна: а) 0,001 ккал; б) 1 ккал; в) 30 ккал; г) 100 ккал. Каким спектральным диапазонам отвечают эти длины волн?

16. В каких областях спектра будут находиться спектральные линии, отвечающие энергиям ($кДж.моль^{-1}$): а) 200-800; б) 10-20; в) 0,01-0,1?

17. Люминесцирующий экран поглощает ультрафиолетовое излучение с длиной волны 280 нм и светит зеленым светом с длиной волны 508 нм. Какую энергию каждый фотон передает люминесцирующему веществу?

18. При излучении фотона полная энергия атома водорода изменилась на 2,56 эВ. Какова длина волны излучаемого света?

19. При облучении паров ртути электронами энергия атома ртути увеличилась на 4,9 эВ. Какова длина волны излучения атома ртути при переходе в невозбужденное состояние?

20. Какие электронные переходы называют резонансными? Почему при определении элементов методом фотометрии пламени используют резонансные линии, соответствующие переходам с первого возбужденного уровня?

21. Почему для качественных аналитических определений рекомендуют использовать дуговой разряд, а для количественных - искровой?

22. При каком способе генерации (пламя, дуга постоянного тока, искра) спектральные линии будут шире?

23. Пригодна ли дуга постоянного тока или высоковольтная искра в качестве непламенного атомизатора в атомно-абсорбционной спектрометрии? Ответ мотивируйте.

24. Какой из методов пригоден для проведения полного качественного анализа: атомно-эмиссионный или атомно-абсорбционный?

25. Какие факторы влияют на степень атомизации вещества в пламени?

26. Какой процент атомов определяемого элемента участвует в формировании аналитического сигнала а) в пламенной эмиссионной спектрометрии, б) в атомно-абсорбционной спектрометрии в пламени?

27. Как увеличить диссоциацию оксидов и гидроксидов металлов, образующихся в пламени?

28. Как влияет ионизация атомов в пламени на результаты определения элемента а) атомно-эмиссионным методом, б) атомно-абсорбционным методом? Какими приемами можно подавить ионизацию атомов?

29. Что такое ионизационный буфер?

30. Как влияет присутствие солей Al в растворе на определение Ca и Sr эмиссионно-фотометрическим методом?

31. Какие горючие смеси используют для определения щелочных и щелочно-земельных элементов методом эмиссионной фотометрии

пламени?

32.Какой из двух методов: пламенно-эмиссионный или атомно-абсорбционный предпочтителен при определении К, Ва, Ве, Тi, V?

33.Почему при определении Рb и Zn предпочтителен пламенный атомно-абсорбционный метод, а не пламенный атомно-эмиссионный метод?

34.Что такое внутренний стандарт? Для чего его используют?

35.Каким требованиям должна удовлетворять гомологическая пара линий?

36.Рассчитайте коэффициент атомного поглощения цинка, если при его концентрации в растворе $1 \cdot 10^{-4}$ г/мл значение оптической плотности 0.512 (длина щели горелки 10 см).

Рейтинг-контроль №2

1.Какими величинами характеризуются полосы поглощения в молекулярных абсорбционных спектрах? Какая разница между истинным и средним молярным коэффициентом поглощения?

2.Будет ли наблюдаться для каждого из приведенных ниже растворов отклонение от закона Бугера-Ламберта-Бера и какое: отрицательное, положительное? раствор слабой кислоты, поглощает недиссоциированная форма; раствор аквакомплекса $M(H_2O)_n$, находящегося в равновесии с комплексом ML_n , поглощает аквакомплекс.

3.При каких длинах волн следует измерять оптическую плотность растворов при фотометрическом анализе смеси веществ, если их спектры поглощения накладываются друг на друга?

4.Какой вариант спектрофотометрии следует выбрать, если главным требованием является а) быстрота выполнения, б) высокая точность при достаточно высоком содержании элемента, в) учет влияния фона?

5.Что используют в качестве раствора сравнения при дифференциальном способе измерения оптической плотности, если основной закон светопоглощения а) выполняется, б) не выполняется?

6.На одном рисунке в координатах $A-\lambda$ изобразите произвольный спектр поглощения фотометрируемого раствора (имеет одну полосу поглощения) и спектр поглощения светофильтра, необходимого для анализа этого раствора.

7.Какие законы лежат в основе спектрофотометрического определения констант химических равновесий?

8.Для определения никеля в виде диметилглиоксимата навеску стали, содержащей 0,5 % Ni, растворили и разбавили до 100,0 мл. К аликвоте 5,00 мл добавили необходимые реагенты и разбавили до 50,0 мл. Оптическая плотность определяется при 470 нм в кювете с $l = 2,0$ см. Вычислите навеску стали, если оптимальное значение $A=0,435$, а $\epsilon=1,3 \cdot 10^4$ л.моль⁻¹ см⁻¹.

9.Оптическая плотность раствора кофеина ($M = 212,1$), содержащего 1,000 мг протонированной формы кофеина в 100,0 мл, равна 0,510 при длине волны 272 нм ($l = 1,0$ см). Навеску растворимого кофе 2,500 г растворили в 500,0 мл воды. Аликвоту 25,00 мл осветлили стандартными приемами и добавив 0,1 М H_2SO_4 , разбавили до 500,0 мл. Оптическая плотность этого раствора в тех же условиях равна 0,415. Рассчитайте молярный коэффициент поглощения кофеина и его содержание (г/кг) в кофе.

10.Молярный коэффициент поглощения комплекса Ве с ацетилацетоном при 295 нм равен $3,16 \cdot 10^4$ л.моль⁻¹ см⁻¹. Какое минимальное содержание Ве (% масс.) можно определить из навески 1,0000 г, растворенной в 100,0 мл, при измерении оптической

плотности на спектрофотометре при $l=10.0$ см. Минимальное значение оптической плотности, которое можно измерить с необходимой точностью, считать равным 0,010. $M.M.(Be)=9,01$.

11. Оптическая плотность 0,15 М пикрата натрия в 1М NaOH, обусловленная поглощением пикрат-иона (пикриновая кислота не поглощает) равна 0,419. В тех же условиях оптическая плотность 0,30 М раствора пикриновой кислоты равна 0,531. Рассчитайте константу кислотности пикриновой кислоты.

Рейтинг-контроль № 3

1. Почему при комнатной температуре люминесцируют не все вещества?
2. Является ли люминесценция равновесным процессом?
3. Чем объясняется более высокая селективность люминесцентных методов анализа по сравнению с фотометрическими? Почему флуоресцентные методы анализа чувствительнее фотометрических?
4. Почему при флуоресцентных определениях предъявляют повышенные требования к чистоте реактивов и посуды?
5. Почему вид спектра флуоресценции не зависит от длины волны возбуждающего излучения?
6. Почему градуировочный график при флуоресцентных определениях линеен в ограниченном интервале концентраций?
7. Как изменяется интенсивность флуоресценции при понижении температуры?
8. Почему лампы накаливания редко используют в качестве источника излучения в флуоресцентном анализе?
9. Почему нельзя долго освещать флуоресцирующие растворы при проведении флуоресцентных определений?
10. В каких случаях соблюдается правило зеркальной симметрии спектров поглощения и флуоресценции?
11. Какие характеристики люминесценции зависят от длины волны возбуждающего света и почему?
12. Что больше: квантовый или энергетический выход флуоресценции? Почему?
15. Рассчитайте минимальное содержание циркония (%), которое можно определить люминесцентным методом в виде комплекса с морином пользуясь следующими данными
- навеску массой 0,1000 г перевели в мерную колбу емкостью 250,0 мл;
- максимальной величине регистрируемого фототока, равной 250 мкА, отвечает концентрация циркония 0,1 мкг/мл;
- минимальная величина фототока, регистрируемая микроамперметром, равна 1 мкА.

Вопросы к СРС

1. Дайте определение аналитической химии как науки. Ее предмет, цели, задачи.
2. Как связана наука "аналитическая химия" с жизнью современного общества (наукой, производством, окружающей средой, медициной, качеством жизни).
3. Назовите основные этапы развития аналитической химии.
4. Как вы определите аналитические задачи (обнаружение, идентификация, определение, тестирование веществ)? Объекты анализа (твердые, жидкие, газообразные, плазма; макро- и микро- ; органические и неорганические, близкие и удаленные).

5. По каким принципам классифицируют методы аналитической химии (химические, физические, биологические; обнаружения, идентификации, определения; разделения и концентрирования; гибридные и комбинированные; прямые и косвенные методы)?

6. Метод и методика. Метрологические параметры методики: продолжительность, трудоемкость, стоимость, приборное обеспечение.

7. Дайте определение метрологических характеристик методов определения (чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, избирательность).

8. Дайте определение понятию аналитическая служба.

9. Организация аналитической службы и ее функции: контроль технологических процессов, мониторинг окружающей среды, здоровья населения, служба контроля за хранением продукции, оперативный контроль. Сертификация продукции и химический анализ.

10. Принципы унификации и стандартизации аналитических методов.

11. Обеспечение химического анализа: химические реактивы, классификация, общая характеристика, степень чистоты, очистка.

12. Мерная посуда, ее градуировка.

13. Аналитические приборы: общая характеристика и требования к ним; класс точности, поверка, градуировка, сочетание с микропроцессорами и ЭВМ.

14. Аналитическое приборостроение, его тенденции (блочно-модульный принцип, автоматизация, миниатюризация и др.)

15. Источники информации по аналитической химии: периодическая, монографическая, учебная литература.

16. Международные и отечественные сообщества аналитиков. Рекомендации ИЮПАК по аналитической химии.

Вопросы к экзамену

1. Перечислите метрологические характеристики методов химического анализа.

3. Какими способами можно проверить правильность анализа?

4. В чем отличие случайных погрешностей от систематических?

5. Какие величины характеризуют воспроизводимость выборочной совокупности данных химического анализа?

6. Перечислите критерии выбора метода анализа.

7. Что такое аналитический сигнал? Приведите примеры аналитических сигналов в химических и физических методах анализа.

8. Значение цифры и правила округления чисел, выражающих результат анализа.

9. Единицы СИ в анализе: основные, производные, внесистемные (эквивалент, титр, молярность, моляльность, нормальность, массовая концентрация и др.)

11. Случайные погрешности в химическом анализе. Закон Гаусса. Воспроизводимость. Статистические критерии: математическое ожидание (генеральное среднее и генеральная дисперсия случайной величины; выборочное среднее, дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность).

12. Систематические погрешности химического анализа. Правильность и способы ее проверки (метод стандартных образцов, стандартных добавок, сравнения с результатами другого метода и др.) Их ограничения.

13. Погрешности отдельных стадий и конечного результата. Суммирование погрешностей.

14. Метрологическое обеспечение контроля состава веществ и материалов. Аттестация и стандартизация методик. Аккредитация аналитических лабораторий.

15. Что такое избирательность метода?

16. Что такое точность анализа, какими величинами она характеризуется?

17. Какие существуют способы определения концентрации на основании существующей зависимости между аналитическим сигналом и содержанием компонента?

Отбор и подготовка пробы к анализу

1. Какие требования предъявляют к генеральной пробе анализируемого вещества?
2. Чем определяется способ отбора и размер пробы?
3. Приведите примеры способов отбора пробы в потоке жидкости и газа.
4. Каковы особенности отбора пробы твердых веществ?
5. Назовите способы гомогенизации и усреднения пробы анализируемого вещества.
6. Укажите источники погрешностей при отборе пробы анализируемого вещества.
7. Каким образом можно учесть содержание воды в анализируемой пробе?
8. Какие факторы определяют способ перевода анализируемой пробы в раствор?
9. Какими свойствами должен обладать растворитель, используемый для растворения анализируемой пробы?
10. Приведите примеры щелочных, кислых и окислительных плавленей.
11. Чем отличается пиролиз от сухого озоления?

Идентификация и анализ органических соединений

1. Что такое функциональный анализ органических веществ? Как проводится идентификация структурных фрагментов и строения органических соединений (функциональные группы, кратные связи, циклические и линейные структуры и пр.)?
2. Идентификация различных классов органических соединений.
3. Как можно определить наличие следов органических веществ в различных объектах?
4. Как проводится анализ биологических и медицинских объектов (растения, кровь, ткани, жидкости организмов)?
5. Что такое клинический анализ? Его особенности.
6. Как проводится анализ пищевых продуктов (основные компоненты, примеси)?

Перечень лабораторных работ

1. Определение химических элементов методами атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектроскопии.
2. Спектрофотометрическое определение алюминия с хромазуролом S.
3. Определение структуры вещества по его ИК- и ЯМР-спектрам.
4. Хроматографическое определение этилацетата и этанола.
5. Выбор метода анализа реального объекта.
6. Пробоотбор и пробоподготовка реального объекта к анализу.
7. Определение вещества "X" в реальном объекте. Математическая обработка результатов анализа.

7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ (ИНТЕРНЕТ-РЕСУРСЫ) ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

| № п/п | Название и выходные данные (автор, вид издания, издательство, издания, количество страниц) | Год издания | Количество экземпляров | Наличие в электронной библиотеке ВлГУ | Количество студентов, использующих указанную литературу | Обеспеченность студентов литературой, % |
|-------|--|-------------|------------------------|---------------------------------------|---|---|
|-------|--|-------------|------------------------|---------------------------------------|---|---|

| Основная литература | | | | | | |
|---------------------------|--|------|----|---|----|-----|
| 1 | Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: практикум учебное пособие / Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. 120 с. | 2012 | - | http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html | 20 | 100 |
| 2 | Справочное руководство по аналитической химии и физико-химическим методам анализа Учеб. пособие / И.В. Тикунова, Н.В. Дробницкая, А.И. Артеменко и др. - М. : Абрис, 2012. | 2012 | - | http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785437200759.html | 20 | 100 |
| 3 | Аналитическая химия : учеб. для студ. учреждений высш. проф. образования / В.И.Вершинин, И.В.Власова, И. А. Никифорова. — М. : Издательский центр «Академия», 2011. — 448 с. | 2011 | - | http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785769562921.html | 20 | 100 |
| Дополнительная литература | | | | | | |
| 1 | Кристиан Г. Аналитическая химия: в 2 томах. / пер. с англ. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. - N.1- 623 с., Т. 2. - 504 с. | 2009 | - | http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743890.html www.window.edu.ru | 20 | 100 |
| 2 | Основы аналитической химии. В 2-х кн. /Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высш. шк., 2007. | 2007 | 30 | - | 20 | 100 |
| 3 | Пругло Г.Ф., Комиссаренков А.А., Фёдоров В.А. Оптические методы анализа: учебно-методическое пособие. - СПб.: СПбГТУРП, 2010. -52 с. | 2010 | - | http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru | 20 | 100 |

| | | | | | | |
|---|--|------|---|---|----|-----|
| 4 | Нечипоренко А.П. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. Электрохимические методы. Потенциометрия и кондуктометрия: Учеб.-метод. пособие / Под ред. В.В. Кириллова. – СПб.: НИУ ИТМО; ИХиБТ, 2013. – 34 с | 2013 | - | http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru | 20 | 100 |
| 5 | Хенце Г. Поляррография и вольтамперометрия. Теоретические основы и аналитическая практика / пер. с нем. А.В. Гармаша и А.И. Каменева. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2008. - 284 с. | 2008 | - | http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743579.html www.window.edu.ru | 20 | 100 |
| 6 | Харитонов Ю.А. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. Учебник для ВУЗов. М.: Высшая школа, 2007. 616с. | 2007 | - | http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru | 20 | 100 |

8. МАТЕРИАЛЬНО - ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

ДИСЦИПЛИНЫ

1. Теоретический курс.

лекции: презентации (диск)

2. Практикум

1. Весы аналитические, технические.
2. Спектрофотометр СФ-46.
3. Атомно-абсорбционный спектрометр «Квант Z-ЭТА» с программным обеспечением и набором ламп.
4. Газовый хроматограф «Кристалл» с детекторами по теплопроводности, электронному захвату и капиллярными колонками.
5. Оборудование для тонкослойной хроматографии.
6. ИК-спектрометр.
7. Анализатор ртути.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению 04.04.01 Химия

Рабочую программу составил В.Г. д.х.н. проф. Амелин В.Г.

Рецензент

Д.С. к.х.н., ст.н.с. лаборатории химического анализа ФГБУ ВНИИЗЖ
Большаков Д.С.

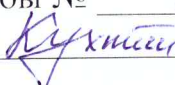
Программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры Химии
протокол № 3/2 от 26.10 2015 года.

Заведующий кафедрой Б.А. Кухтин Б.А.

Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании учебно-методической комиссии направления 04.04.01 Химия
протокол № 3/2 от 28.10 2015 года.

Председатель комиссии С.А.

**Лист переутверждения
рабочей программы дисциплины**

Рабочая программа одобрена на 2016/2017 учебный год
Заведующий кафедрой _____
Протокол заседания кафедры № 2 от 5.09.16 года.
Заведующий кафедрой 

Рабочая программа одобрена на _____ учебный год
Заведующий кафедрой _____
Протокол заседания кафедры № _____ от _____ года.
Заведующий кафедрой _____

Рабочая программа одобрена на _____ учебный год
Заведующий кафедрой _____
Протокол заседания кафедры № _____ от _____ года.
Заведующий кафедрой _____