

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



УТВЕРЖДАЮ  
Проректор  
по образовательной деятельности

А. А. Панфилов

« 03 » 09 2019 г.

## РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

### СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ

Направление подготовки **04.04.01 Химия**

Профиль/программа подготовки **Химический анализ, химическая и экологическая экспертиза объектов окружающей среды**

Уровень высшего образования **Магистратура**

Форма обучения **Очная**

Семестр	Трудоемкость зач. ед./ час.	Лекции, час.	Практич. занятия, час.	Лаборат. работы, час.	СРС, час.	Форма промежуточной аттестации (экзамен/зачет/зачет с оценкой)
2	5/180	36		54	54	Экзамен (36 ч.) / КР
Итого	5/180	36		54	54	Экзамен (36 ч.) / КР

## 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 проблемы химико-аналитического контроля» относится к вариативной части учебного плана дисциплин по направлению подготовки 04.04.01 Химия (квалификация «магистр»)

Пререквизиты дисциплины: аналитическая химия, физическая химия, неорганическая химия, органическая химия, физика и математика.

## 3. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения ОПОП

Код формируемых компетенций	Уровень освоения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине характеризующие этапы формирования компетенций (показатели освоения компетенции)
1	2	3
ПК-4	полное	<i>Знать</i> теорию методов анализа <i>Уметь</i> осуществлять научно-исследовательскую и профессиональную деятельность, связанную с экологической безопасностью, с использованием эффективных методик и методов химико-физического анализа <i>Владеть</i> приемами анализа отобранных проб и образцов для оценки экологического состояния объектов
ПК-5	полное	<i>Знать</i> теорию методов анализа <i>Уметь</i> проводить высокоточные лабораторные исследования, направленные на определение химических свойств и состава материалов, проб, образцов и разного рода изделий <i>Владеть</i> приемами анализа отобранных проб и образцов
ОПК-1	частичное	<i>Уметь</i> анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений

ОПК-2	частичное	Знать нормы техники безопасности химического эксперимента включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием
-------	-----------	---

#### 4. ОБЪЕМ И СТРУКТУРА ДИСЦИПЛИНЫ

ОБЩАЯ ТРУДОЕМКОСТЬ ДИСЦИПЛИНЫ СОСТАВЛЯЕТ 5 ЗАЧЕТНЫХ ЕДИНИЦ, 180 Ч.

№	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	Консульты	Семинары	Практичес	Лаборатор	Контрольн	СРС			КП/КР
1.	Введение	2	1	2						2		2/100	
2.	Метрологические основы химического анализа	2	2,3	4						2		4/100	
	Высокоэффективная жидкостная хроматография с различными детекторами	2	4-6	12				20		20		6/27	Рейтинг-контроль №1
4.	Газовая хроматография с различными детекторами	2	7-11	9				24		10		14/42	Рейтинг-контроль №2
5.	Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой	2	12-16	7				5		10		7/58	
6.	Методы атомной спектроскопии	2	17, 18	2				5		10		4/57	Рейтинг-контроль №3
<b>Всего</b>				36				54		54		37/41	<b>Экз. (36 ч.) Курсовая</b>

#### Содержание лекционных занятий по дисциплине

**Раздел 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.

**Раздел 2. Метрологические основы химического анализа.**

Тема 1. 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 (безэталонные) и относительные методы анализа. Аналитический сигнал и помехи. Объем информации в аналитическом сигнале. Способы определения содержания по данным аналитических измерений.

Тема 2. 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.

### **Раздел 3. Теоретические основы хроматографии**

Основные характеристики хроматографического процесса. Коэффициент распределения. Удерживаемый объем и время удерживания. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Коэффициент разделения. Разрешение. Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в подвижной и неподвижной фазах). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Принципиальная схема хроматографа. Выбор параметров хроматографического определения. Идентификация веществ. Количественный анализ. Измерение площадей и высот пиков. Методы внутреннего и внешнего стандартов. Источники ошибок, воспроизводимость измерений.

### **Раздел 4. Газовая хроматография**

Тема.1. Принцип метода. Теоретические основы метода. Определяемые вещества. Основные аналитические характеристики. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография. Аппаратура для газовой хроматографии. Хроматографические колонки, термостаты, детекторы. Классификация детекторов и их важнейшие характеристики (линейность, чувствительность, отношение сигнал/шум, предел обнаружения). Программирование температуры. Газы-носители, адсорбенты и неподвижные фазы, требования к ним. Модифицирование носителей. Реакционная газовая хроматография. Высокоэффективная капиллярная хроматография. Примеры применения.

Тема 2. Качественный газо-хроматографический анализ. Идентификация веществ на основе величины удерживания. Метод тестеров. Индексы удерживания Ковача. Источники погрешностей при их определении. Методика количественной газовой хроматографии.

### **Раздел 5. Жидкостная хроматография**

Тема 1. Принцип метода. Определяемые вещества. Аналитические характеристики современной высокоэффективной хроматографии (ВЭЖХ). Аппаратура для жидкостной хроматографии. Жидкостные хроматографы (колоночные, капиллярные). Насосы. Вводы проб. Колонки. Детекторы и их выбор. Подготовка пробы.

Тема 2. Адсорбционная хроматография. Основные представления о механизме жидкостной адсорбционной хроматографии (ЖАХ): роль химии поверхности адсорбента и природы жидкой подвижной фазы. Силикагель, его структура и химия поверхности. Модифицированные силикагели, принципы их получения и свойства. Оксид алюминия и другие сорбенты в ЖАХ. Требования к ним. Подвижная фаза (элюент) и требования к ней. Элюирующая сила подвижной фазы, элюотропные ряды. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения в ЖАХ. Изократическое и градиентное элюирование. Влияние температуры на элюирование.

Нормально-фазовая ЖАХ на силикагеле. Модели удерживания и типы взаимодействия сорбата с поверхностью сорбента.

### **Раздел 6. Спектроскопические методы анализа**

Тема 1. 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.

**Тема 2. 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.

**Тема 3. 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.

### **Содержание лабораторных занятий по дисциплине**

Раздел 4. Газовая хроматография

Определение хлорированных углеводородов в питьевой воде методом газожидкостной хроматографии с детектором по электронному захвату.

Определение хлорорганических пестицидов в воде методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов.

Раздел 5. Жидкостная хроматография

Определение фторхинолонов в пищевых продуктах методом ВЭЖХ/МС/МС

Определение пенициллинов в молоке методом ВЭЖХ/МС/МС

Раздел 6. Определение химических элементов методами атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектроскопии.

## **5. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ**

В преподавании дисциплины «Современные проблемы химико-аналитического контроля» используются разнообразные образовательные технологии как традиционные, так и с применением активных и интерактивных методов обучения.

Активные и интерактивные методы обучения:

- Интерактивная лекция (раздел 2)
- Групповая дискуссия (раздел 5)

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

**Текущий контроль успеваемости (рейтинг-контроль 1, рейтинг-контроль 2, рейтинг-контроль 3)**

## 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)  $9,25 \text{ \AA}$ ? 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, б) полосатых спектров?

8. Какой интервал длин волн отвечает оптическому спектральному диапазону?

9. Какие из указанных частиц имеют в спектре линии, а какие полосы:  $\text{K}^+$ , Na, CO, Ag,  $\text{N}_2$ ,  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ,  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{CH}_3$ ?

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

11. Рассчитайте длину волны (нм) и волновое число ( $\text{см}^{-1}$ ) 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  $^{137}\text{Cs}$ . Рассчитайте частоту (Гц), волновое число ( $\text{см}^{-1}$ ) и длину волны (нм, мкм) этого перехода.

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

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 ( $\text{кДж} \cdot \text{моль}^{-1}$ ): 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 K, Ba, Be, Ti, V?

33. Почему при определении Pb 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, 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<sup>-1</sup> см<sup>-1</sup>.

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<sup>-1</sup> см<sup>-1</sup>. 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 лампу 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.



## **Промежуточная аттестация по итогам освоения дисциплины – курсовая работа.**

Курсовые работы выдаются студентам в начале семестра. Тематика курсовых работ «Идентификация и определение X в объектах окружающей среды», анализируемое вещество X выдается каждому студенту индивидуально.

**Рекомендации по выполнению работы.** Методы анализа объектов окружающей среды различаются по селективности, чувствительности, правильности, простоте выполнения, сложности используемого лабораторного оборудования, поэтому при выполнении многих химических исследований выбор подходящего аналитического метода является важной задачей.

Вся работа по выбору метода анализа складывается из четырех основных этапов :

1. Постановка аналитической задачи.
2. Просмотр литературных данных.
3. Теоретическая оценка наиболее подходящего метода.

Аналитическая задача (анализ конкретного объекта) дается преподавателем каждому студенту индивидуально.

После постановки задачи следует приступить к выбору подходящего метода анализа.

При выборе метода следует учитывать его аналитические возможности, а также характер анализируемого материала. Можно обратиться, например, к тому IV «Справочника химика», в котором кратко охарактеризованы многие аналитические методы и методики анализа.

Однако, чтобы иметь подробную пропись методики, необходимо обратиться к другим публикациям. Так, следует использовать пособия по анализу материалов данного типа, например, стекла, полимеров, объектов окружающей среды, в которых можно найти методики анализа.

Чтобы получить полную информацию о возможностях того или иного метода и его практическом применении, используют реферативный журнал «Химия». Пользуясь предметным указателем этого журнала, можно найти рефераты статей на данную тему, опубликованных в течение нескольких лет.

Заключительный этап работы с литературой сводится к выбору наилучшего метода.

При выборе методики анализа можно использовать ответы на такие вопросы:

1. Какие компоненты могут мешать определению при помощи данной методики? Какие рекомендуются операции, позволяющие устранить мешающее влияние этих компонентов?
2. Какую максимальную правильность результатов может обеспечить данная методика?
3. Столь ли велико мешающее влияние посторонних компонентов при использовании других возможных методик?
4. Какое потребуется оборудование, реактивы, какова длительность анализа?

После выбора методики и метода можно составить схему анализа. Она должна состоять из следующих стадий:

1. Отбор пробы.
2. Подготовка образца к анализу.
3. Удаление и маскирование мешающих компонентов.
4. Создание условий, необходимых для проведения измерений.
5. Измерение количества элемента «X» при помощи выбранного метода.

## **Промежуточная аттестация по итогам освоения дисциплины (экзамен),**

### **контрольные вопросы для подготовки 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. Значащие 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 переведения анализируемой пробы в раствор?

9. Какими свойствами должен обладать растворитель, используемый для растворения анализируемой пробы?

10. Приведите примеры щелочных, кислых и окислительных плавней.

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)?

### **Хроматография**

1. В чем преимущества элюентной хроматографии перед фронтальной и вытеснительной?

2. Почему предпочитают использовать величину исправленного объема удерживания, а не удерживаемого объема?

3. Какие величины характеризуют эффективность хроматографической колонки? Как ее повысить?

4. Как оценивают эффективность разделения в хроматографии?

5. Почему выражение  $V'_R = DV_s$  считают основным уравнением хроматографии?

6. Какие числовые значения может принимать величина  $H$ ?

Каково теоретически минимальное значение?

7. Объясните, почему при больших объемах элюирования хроматографические пики получаются низкими и широкими?

8. Найдите длину хроматографической колонки, если  $H = 0,1$  мм, а  $N = 10000$ .

9. Как влияет скорость потока на эффективность хроматографической колонки?

10. Постройте график зависимости величины  $H$  от скорости потока в газовой и жидкостной хроматографии.
11. Предложите практические рекомендации для успешного разделения двух веществ исходя из теории теоретических тарелок, кинетической теории и основного уравнения хроматографии  $V'_R = DV_s$ .
12. Почему нежелательны слишком высокие и очень низкие значения коэффициентов распределения?

### Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов

Самостоятельная работа студентов заключается в изучении вопросов, предусмотренных для самостоятельного изучения, подготовке к практическим занятиям и решению задач на них, а также в подготовке к текущему контролю знаний и промежуточной аттестации.

Контрольные вопросы для самостоятельного изучения:

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.

1. Какие хроматографические условия надо менять, чтобы уменьшить вклад в величину  $H$  трех составляющих уравнения Ван-Деемтера?
2. Какие хроматографические параметры можно использовать для идентификации компонентов смеси?
3. Укажите возможности и ограничения разных количественных методов хроматографического анализа.
4. Назовите источники систематических погрешностей при хроматографических определениях.
5. Какие вещества обычно служат образцами сравнения при определении индекса Ковача?
6. Почему результаты идентификации веществ более надежны, если использовать индексы удерживания, а не удерживаемый объем?
7. При анализе смеси из трех компонентов методом газожидкостной хроматографии два оператора независимо друг от друга получили хроматограммы. Как подтвердить наличие одинаковых компонентов в смесях по полученным хроматограммам? Как оформляют хроматограммы и какие данные должны быть в подписях к ним?
8. Что такое градиентное элюирование, какое оно дает преимущество?
9. Предложите условия разделения  $n$ -углеводородов и ароматических соединений методом газожидкостной хроматографии. Какие неподвижные фазы и максимальные рабочие температуры нужно рекомендовать?
10. Как вы относитесь к следующему утверждению: газожидкостная хроматография один из лучших хроматографических методов анализа неорганических веществ? Ответ поясните.

11. Какой детектор вы выбрали бы при анализе объектов окружающей среды на содержание пестицидов? Укажите условия приготовления образца и проведения газохроматографического разделения.

Для успешного выполнения самостоятельной работы студентам рекомендуются следующие учебно-методические источники:

Амелин В.Г. Спектроскопические методы анализа. Учеб.- метод. пособие. Изд-во ВлГУ, 2012 г. 56 с.

Амелин В.Г. Хроматография. Учеб.- метод. пособие. Изд-во ВлГУ, 2014 г. 120 с.

Фонд оценочных средств для проведения аттестации уровня сформированности компетенций обучающихся по дисциплине оформляется отдельным документом.

## 7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

### 7.1. Книгообеспеченность

Наименование литературы: автор, название, вид издания, издательство	Год издания	КНИГООБЕСПЕЧЕННОСТЬ	
		Количество экземпляров изданий в библиотеке ВлГУ в соответствии с ФГОС ВО	Наличие в электронной библиотеке ВлГУ
1	2	3	4
<b>Основная литература</b>			
Основы аналитической химии. В 2-х кн. /Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высш. шк., 2005.	2005	50	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html</a>
Хроматографические методы анализа. Учеб. пособие / Ю.М. Серов, В.Ю. Конюхов, А.Ю. Крюков, З.В. Псху, К.Н. Жаворонкова. - М. : Издательство РУДН, 2012.- 120 С.	2012	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru">http://www.studentlibrary.ru</a>
Мосягин П.В., Крылов В.А. Газохроматографическое определение органических токсикантов в воде. Электронное учебно-метод. - Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. - 64 С.	2012	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html</a>
Кристиан Г. Аналитическая химия: в 2 томах. / пер. с англ. - М.: БИНОМ.Лаборатория знаний, 2009. – N.1- 623 с.,Т. 2. - 504 с.	2009	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743890.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785947743890.html</a> <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>
<b>Дополнительная литература</b>			
Гиндуллина Т.М. Хроматографические методы анализа: учебно-методическое пособие / Т.М. Гиндуллина, Н.М. Дубова - Томск: Изд-во Томского политех. ун-та, 2010. - 80 С.	2005	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book">http://www.studentlibrary.ru/book</a> <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>
Яшин Я.И., Яшин Е.Я, Яшин А.Я. Газовая хроматография. М.: ТрансЛит, 2009. - 528 С.	2009	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book">http://www.studentlibrary.ru/book</a> <a href="http://www.window.edu.ru">www.window.edu.ru</a>

## **7.2. Периодические издания**

Журнал аналитической химии.

Масс-спектрометрия.

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

## **7.3. Интернет-ресурсы**

[http:// anchem.ru](http://anchem.ru)

<http://chemistry.narod.ru>

## **8. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ**

Для реализации данной дисциплины имеются специальные помещения для проведения занятий лекционного типа - 331-1, лабораторные работы проводятся в лаборатории физико-химических методов анализа - 429-1.

Рабочую программу составил Амелин В.Г. Амелин В.Г.

(ФИО, подпись)

Рецензент

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

(место работы, должность, ФИО, подпись)

Программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры химии

Протокол № 1 от 03.09.2019 года

Заведующий кафедрой Кухтин Б.А. Кухтин Б.А.

(ФИО, подпись)

Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании учебно-методической комиссии  
направления 04.04.01 Химия

Протокол № 1 от 03.09.2019 года

Председатель Кухтин Б.А. Кухтин Б.А.

**ЛИСТ ПЕРЕУТВЕРЖДЕНИЯ  
РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЫ ДИСЦИПЛИНЫ**

Рабочая программа одобрена на \_\_\_\_\_ учебный год

Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Рабочая программа одобрена на \_\_\_\_\_ учебный год

Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Рабочая программа одобрена на \_\_\_\_\_ учебный год

Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

