

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Химический факультет

УТВЕРЖДАЮ

И.о. декана химического факультета,
профессор РАН



/С.С. Карлов/

«20» августа 2025 г.

ОЦЕНОЧНЫЕ И МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ (ФОС)

для оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю):

Физические методы исследования

Уровень высшего образования:

Бакалавриат

Направление подготовки (специальность):

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) ОПОП:

Общая химия

Форма обучения:

очная

ФОС рассмотрен и одобрен
Учебно-методической комиссией факультета
(протоколы №3 от 13.05.2019, №23 от 25.03.2025 г.)

Москва 2025

ФОС дисциплины разработан в соответствии с ФГОС ВО для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки / специальности 04.03.01 «Химия» (программа бакалавриата), утвержденного приказом Минобрнауки от 17 июля 2017 г. №671.

Направленность (профиль) основной профессиональной образовательной программы высшего образования, реализуемой в соответствии с федеральным государственным образовательным стандартом, утвержден приказом МГУ № 1061-19/010-ОСН от 30.08.2019 г.

Год (годы) приема на обучение 2022, 2023, 2024, 2025

1. Требования к результатам освоения дисциплины (модуля) Физические методы исследования

Компетенция	Индикаторы достижения	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)
УК-1. Способен осуществлять поиск, критический анализ и синтез информации, применять системный подход для решения поставленных задач	УК-1.1. Осуществляет поиск, критический анализ и синтез информации с использованием требований системного подхода	Уметь: находить необходимые для работы сведения в открытых источниках информации Уметь: сопоставлять информацию из разных источников, оценивать ее достоверность Владеть навыками поиска и критического анализа информации по теме научного проекта
	УК-1.2. Формулирует научно обоснованные гипотезы, создает теоретические модели явлений и процессов	Уметь: формулировать научные гипотезы при обсуждении литературных и собственных данных
УК-2. Способен определять круг задач в рамках поставленной цели и выбирать оптимальные способы их решения, исходя из действующих правовых норм, имеющихся ресурсов и ограничений	УК-2.1. Использует современные базы данных для поиска информации по заданной теме	Уметь: анализировать данные, полученные из литературных источников, и использовать их для выбора оптимального способа решения поставленной задачи
	УК-2.2. Использует современные информационные технологии для обмена информацией в деловой и профессиональной сфере с учетом основных требований информационной безопасности	Уметь: использовать программные средства удаленного коллективного доступа для решения задач научной деятельности Владеть: навыками обмена профессиональной информации с учетом основных требований информационной безопасности
УК-4. Способен осуществлять деловую коммуникацию в устной и письменной формах на государственном языке Российской Федерации и иностранном(ых) языке(ах)	УК-4.1. Осуществляет письменную и устную коммуникацию на русском и (или) иностранном языке в академической сфере	Уметь: выбирать коммуникативно приемлемый стиль делового общения, использовать необходимые языковые средства, тактики и стратегии для решения коммуникативных задач в академической и профессиональной сферах
	УК-4.3. Работает с текстами разного уровня сложности, отвечающими задачам профессиональной деятельности	Уметь: работать с учебными и научными текстами разного уровня сложности, отвечающими задачам профессиональной деятельности
УК-8. Способен создавать и поддерживать в повседневной жизни и в профессиональной	УК-8.1. Идентифицирует опасные и вредные факторы в рамках осуществляемой деятельности	Знать: нормы техники безопасности при работе в аналитической лаборатории Уметь: проводить стандартные операции по определению

<p>деятельности безопасные условия жизнедеятельности для сохранения природной среды, обеспечения устойчивого развития общества, в том числе при угрозе и возникновении чрезвычайных ситуаций и военных конфликтов</p>		<p>состава веществ и материалов с соблюдением норм ОХ и ТБ Владеть: навыками безопасного обращения с веществами и приборами при работе в аналитической лаборатории</p>
<p>ОПК-1 (на уровне бакалавриата). Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений</p>	<p>ОПК-1.1. Воспринимает информацию химического содержания, систематизирует и анализирует ее, оценивает актуальность и степень новизны данных</p>	<p>Знать: теоретические основы современных инструментальных методов, области их практического применения при решении химических задач</p>
	<p>ОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии</p>	<p>Уметь: формулировать и решать конкретные задачи на основе законов и закономерностей, освоенных в курсе аналитической химии</p>
	<p>ОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности</p>	<p>Уметь: формулировать заключения и выводы по результатам анализа литературных и собственных экспериментальных данных в области аналитической химии</p>
<p>ОПК-2 (на уровне бакалавриата) Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием</p>	<p>ОПК-2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности</p>	<p>Знать: правила техники безопасности при работе в химической лаборатории Уметь: работать с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности Уметь: работать на физических приборах с соблюдением норм техники безопасности</p>
	<p>ОПК-2.3. Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе</p>	<p>Знать: стандартные методы анализа и характеристики веществ и материалов Уметь: пользоваться стандартным лабораторным оборудованием и приборами при анализе состава и свойств веществ и материалов Уметь: корректно интерпретировать результаты опреде-</p>

		<p>ления химического состава веществ и материалов</p> <p>Уметь: корректно интерпретировать результаты определения химического и фазового состава веществ и материалов различной природы</p> <p>Владеть: техникой аналитического эксперимента</p> <p>Владеть навыками работы на современных аналитических приборах</p>
<p>ОПК-3 (на уровне бакалавриата) Способен применять расчётно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием с использованием современной вычислительной техники</p>	<p>ОПК-3.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений</p>	<p>Знать: требования к оформлению и представлению результатов аналитических работ</p> <p>Уметь: проводить математическую обработку данных химического анализа, обобщать полученные результаты</p> <p>Владеть: простейшими расчетными методами решения аналитических задач</p>
	<p>ОПК-3.2. Проводит обработку данных с использованием современной вычислительной техники</p>	<p>Уметь: обрабатывать результаты инструментальных опытов с использованием современной вычислительной техники</p>
	<p>ОПК-3.3. Оценивает возможные источники ошибок при проведении эксперимента и корректность полученных данных</p>	<p>Уметь: оценивать возможные источники ошибок и корректность полученных данных</p>
<p>ОПК-4 (на уровне бакалавриата). Способен планировать работы химической направленности, обрабатывать и интерпретировать полученные результаты с использованием теоретических знаний и практических навыков решения математических и физических задач</p>	<p>ОПК-4.2. Оценивает возможные источники ошибок при проведении физического эксперимента и достоверность данных</p>	<p>Знать: методы статистической обработки результатов исследований, полученных с помощью стандартных инструментальных методов</p> <p>Уметь: грамотно интерпретировать результаты измерений, полученных с помощью научного оборудования</p> <p>Уметь: пользоваться программными средствами, автоматизирующими обработку данных (управление базами данных, статистическая обработка, визуализация и т.п.)</p>
<p>ОПК-5 (на уровне бакалавриата). Способен понимать принципы работы современ-</p>	<p>ОПК-5.1. Использует стандартные программные средства и информационные системы для сбора, анализа и представления данных</p>	<p>Знать: основные базы данных химического профиля</p> <p>Уметь: корректно составлять поисковый запрос информации химического содержания и находить необходимые для работы сведения в открытых источниках информации</p>

ных информационных технологий и использовать их для решения задач профессиональной деятельности	ОПК-5.2. Использует современные компьютерные технологии при сборе информации химического профиля с использованием общих и профессиональных баз данных, систематизации и обработке данных	Уметь: использовать программные средства удаленного коллективного доступа для решения задач научной деятельности Уметь: обрабатывать и представлять результаты научных экспериментов с использованием современных компьютерных технологий Владеть: навыками обмена профессиональной информацией с учетом основных требований информационной безопасности
ОПК-6 (на уровне бакалавриата). Способен представлять результаты своей работы в устной и письменной форме в соответствии с нормами и правилами, принятыми в профессиональном сообществе	ОПК-6.1. Представляет результаты работы в виде отчета по стандартной форме на русском языке	Знать: требования к оформлению и представлению результатов работ в области аналитической химии Знать: требования к представлению материала в виде презентации научного доклада Владеть: навыками оформления протоколов химического анализа
	ОПК-6.2. Представляет информацию химического содержания с учетом требований библиографической культуры	Уметь: представлять результаты своей научной работы в письменном виде согласно требованиям к курсовым работам в соответствующей области химии
	ОПК-6.3. Готовит презентацию по теме работы и представляет ее на русском и/или английском языках	Владеть: навыками подготовки презентаций с результатами своей научной работы на русском языке

2. Оценочные средства для текущего контроля и самостоятельной работы

2.1. Текущий контроль

Вопросы к коллоквиумам.

1 коллоквиум. Спектроскопические методы анализа.

Спектр электромагнитного излучения. Энергия фотонов, длина волны, частота, волновое число; связь между ними; термины, символы, единицы измерения. Составляющие внутренней энергии частиц и соответствующие им диапазоны 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. Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы, правила отбора. Вероятности электронных переходов и времена жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина. Причины уширения спектральных линий.

Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Электронные, колебательные и вращательные спектры молекул. Зависимость вида спектра от агрегатного состояния вещества.

Основные законы испускания и поглощения электромагнитного излучения. Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого компонента. Основные способы определения концентрации в спектроскопических методах.

Аппаратура. Способы монохроматизации лучистой энергии. Классификация спектральных приборов, их характеристики: дисперсия, разрешающая способность, светосила. Приемники излучения: фотоэмульсия, фотоэлементы, фотоумножители, полупроводниковые приемники. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум.

Атомно-эмиссионный метод. Принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрометра. Источники атомизации и возбуждения (атомизаторы): электрические разряды (дуговые, искровые, пониженного давления), пламена, плазменные источники (плазмотроны, индуктивно связанная плазма), лазеры. Их основные характеристики: температура, состав атмосферы атомизатора, концентрация электронов.

Физические и химические процессы в атомизаторах. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Особенности подготовки пробы и ее введения в атомизаторы различного типа. Качественный и количественный анализ методом атомно-эмиссионной спектроскопии. Метрологические характеристики и аналитические возможности.

Атомно-абсорбционный метод. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрометра. Атомизаторы (пламенные и непламенные). Источники излучения (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра, лазеры), их характеристики.

Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Возможности, достоинства и недостатки метода, его сравнение с атомно-эмиссионным методом. Метрологические характеристики.

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

Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия).

Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Способы получения окрашенных соединений. Фотометрические аналитические реагенты, требования к ним. Способы определения концентрации веществ. Измерение высоких, низких оптических плотностей (дифференциальный метод). Анализ многокомпонентных систем. Спектрофотометрия как метод исследования реакций в растворах (комплексобразования, протолитических, агрегации), сопровождающихся изменением спектров поглощения. Метрологические характеристики и аналитические возможности. Примеры практического применения.

Принципиальная схема прибора. Классификация аппаратуры с точки зрения способа монохроматизации (фотометры, спектрофотометры). Главные причины отклонения от основного закона светопоглощения (инструментальные и физико-химические).

Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Классификация видов люминесценции по источникам возбуждения (хемилюминесценция, биолюминесценция, электролюминесценция, фотолюминесценция и др.); механизму и длительности свечения. Флуоресценция и фосфоресценция. Схема Яблонского. Закон Стокса-Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина. Принципиальная схема прибора. Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции. Спектральные и физико-химические помехи. Количе-

ственный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода, сравнение с методом спектрофотометрии. Преимущества люминесцентной спектроскопии при идентификации и определении органических соединений. Примеры использования. Место и роль спектроскопических методов в аналитической химии и химическом анализе.

2 коллоквиум. Электрохимические методы анализа.

Общая характеристика электрохимических методов. Классификация. Электрохимические ячейки. Индикаторный электрод и электрод сравнения. Равновесные и неравновесные электрохимические системы. Явления, возникающие при протекании тока (омическое падение напряжения, концентрационная и кинетическая поляризация). Поляризационные кривые и их использование в различных электрохимических методах.

Прямая потенциометрия. Измерение потенциала. Обратимые и необратимые окислительно-восстановительные системы. Индикаторные электроды. Ионметрия. Классификация ионоселективных электродов: электроды с гомогенными и гетерогенными кристаллическими мембранами, стеклянные электроды, электроды с подвижными носителями, ферментные и газочувствительные электроды. Электродная функция, коэффициент селективности, время отклика. Примеры практического применения ионметрии.

Потенциометрическое титрование. Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования; индикаторы. Использование реакций: кислотно-основных, осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления. Примеры практического применения.

Вольтамперометрия. Сущность метода. Классификация вольтамперометрических методов. Индикаторные электроды. Преимущества и недостатки ртутного электрода. Применение твердых электродов. Характеристики вольтамперной кривой. Емкостный, миграционный, диффузионный токи. Предельный диффузионный ток. Полярография. Уравнение Ильковича. Уравнение полярографической волны Ильковича - Гейровского. Потенциал полуволны. Факторы, влияющие на величину потенциала полуволны. Современные виды вольтамперометрии: прямая и инверсионная, переменноточковая; хроноамперометрия с линейной разверткой (осциллополярграфия). Преимущества и ограничения по сравнению с классической полярографией.

Амперометрическое титрование. Сущность метода. Индикаторные электроды. Выбор потенциала индикаторного электрода. Амперометрическое титрование с одним и двумя поляризованными электродами. Виды кривых титрования. Примеры практического применения вольтамперометрических методов и амперометрического титрования. Регистрация и расшифровка полярограммы индивидуального депольаризатора - иона металла. Регистрация полярографического спектра. Определение концентрации веществ методом градуировочного графика и методом добавок с использованием классической, осциллографической, переменноточковой вольтамперометрии.

Кулонометрия. Теоретические основы. Закон Фарадея. Способы определения количества электричества. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование. Кулонометрия при постоянном токе и постоянном потенциале. Внешняя и внутренняя генерация кулонометрического титранта. Титрование электроактивных и электронеактивных компонентов. Определение конечной точки титрования. Преимущества и ограничения метода кулонометрического титрования по сравнению с другими титриметрическими методами. Примеры практического применения.

Сравнительная характеристика чувствительности и избирательности, областей применения электрохимических методов.

3 коллоквиум. 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 (газо-твердофазная) и газо-жидкостная. Сорбенты и носители, требования к ним. Механизм разделения. Схема газового хроматографа. Колонки. Основные типы детекторов, их чувствительность и селективность. Области применения газовой хроматографии.

Жидкостная хроматография. Виды жидкостной хроматографии. Преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии. Схема жидкостного хроматографа. Детекторы, 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, определяющие его. 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.

Планарная хроматография. Общие принципы разделения. Способы получения плоскостных хроматограмм (восходящей, нисходящей, круговой, двумерной). Реагенты для проявления хроматограмм. Бумажная хроматография. Механизмы разделения. Подвижные фазы. Преимущества и недостатки. Тонкослойная хроматография. Механизмы разделения. Сорбенты и подвижные фазы. Области применения.

Образцы задач вариантов контрольных работ

Спектроскопические методы анализа

1. Рассчитайте минимальное содержание циркония (%), которое можно определить люминесцентным методом в виде комплекса с морином, пользуясь следующими данными: 1) навеску массой 1.000 г перевели в 250.0 мл раствора; 2) максимальной величине регистрируемого фототока, равной 250 мкА, отвечает концентрация циркония 0.1 мкг/мл; 3) минимальная величина фототока, регистрируемая микроамперметром, равна 1 мкА.

2. Относительная оптическая плотность моносulfосалицилатного комплекса железа при $\lambda=510$ нм в кювете $l=5.00$ см равна 0.225. Раствор сравнения содержал 0.050 мг железа в объеме 50.00 мл. Определите концентрацию железа (мг/л) в растворе, если молярный коэффициент поглощения комплекса при $\lambda=510$ нм равен $\varepsilon = 1.8 \cdot 10^3$ л·моль⁻¹·см⁻¹.
3. Навеску урановой руды 0.1500 г растворили и после соответствующей обработки раствор разбавили водой до 100.00 мл. Интенсивность флуоресценции раствора составила 60.0 у.е. После добавления к 20.00 мл этого раствора 5.0 мкг урана интенсивность флуоресценции увеличилась до 110.0 у.е. Определить массовую долю урана ($\omega, \%$), считая, что интенсивность флуоресценции пропорциональна концентрации урана, а интенсивность флуоресценции контрольного опыта эквивалентна флуоресценции 1 мкг урана. Какое количество урана (кг) содержится в 1 т руды?
5. Молярный коэффициент поглощения салициловой кислоты в форме H_2A при 320 нм равен $1.70 \cdot 10^3$, а в форме HA - $7.50 \cdot 10^2$. Насыщенный водный раствор салициловой кислоты при pH 3.3 имеет оптическую плотность 0.492 при 320 нм ($l=0.25$ мм). Рассчитайте молекулярную растворимость салициловой кислоты, если показатели констант ее кислотной диссоциации равны $pK_{a1}=2.97$, $pK_{a2}=13.4$.
6. При определении кадмия в сточных водах к анализируемому раствору добавляют девятикратный объем органического реагента L с концентрацией $1.00 \cdot 10^{-3}$ М и измеряют поглощение образующегося комплекса CdL_2^{2+} в кюветах $l=1.00$ см при $\lambda=610$ нм. Поглощение раствора, приготовленного смешением раствора соли кадмия, содержащего 2.81 мкг металла в 1 мл, и раствора реагента, оказалось равным 0.150. Поглощение раствора реагента при $\lambda=610$ нм равно 0.040. Рассчитайте молярные коэффициенты поглощения комплекса кадмия и органического реагента при указанной длине волны.

Электрохимические методы анализа

Потенциометрия

1. При каком потенциале катода (относительно НКЭ) концентрация $HgBr_4^{2-}$ снизится до $1 \cdot 10^{-6}$ М, если до начала электролиза раствор содержал 0,01 М Hg^{2+} и 0,25 М KBr ? $E^0_{Hg^{2+}/Hg} = 0,854$ В; $E_{НКЭ} = 0,242$ В; $\beta_4 = 4,4 \cdot 10^{21}$, $t = 25^\circ$ С.
2. ЭДС гальванического элемента $H_2(1 \text{ атм.}), Pt | HA (0,150 \text{ М}), NaA (0,250 \text{ М}) || СВЭ$ при 20° С равна 0,310 В. Рассчитайте величину $K_a \{HA\}$.
3. Напишите уравнение для зависимости потенциала стеклянного электрода от pH и рассчитайте значение потенциала в буферном растворе с pH 5,0 относительно хлоридсеребряного электрода сравнения.
 $const = 0,350$ В, $E^0_{AgCl/Ag} = 0,222$ В, $t = 25^\circ$ С.
4. Потенциал Са-селективного электрода в 20,00 мл пробы при 30° С равен 20 мВ. После добавки 0,20 мл 0,1000 М раствора Ca^{2+} он стал равным 35 мВ. Крутизна электродной функции на 2 мВ ниже теоретической. Сколько мг кальция содержится в пробе? Мол.масса Са 40,08.

Вольтамперометрия

1. Волна восстановления CrO_4^{2-} до Cr^{3+} имеет $E_{1/2} = -0,3$ В, а волна восстановления Cr^{3+} до $\text{Cr}(0)$ $-1,4$ В. На полярограмме сточной воды предельный ток при $-0,7$ В равен $10,5$ мкА, а при $-0,8$ В, $42,0$ мкА. Каково соотношение концентраций CrO_4^{2-} и Cr^{3+} в анализируемой воде ($D_{\text{CrO}_4^{2-}} = D_{\text{Cr}^{3+}}$)? Нарисуйте полярограмму.
2. Предельный диффузионный ток в $2 \cdot 10^{-3}$ М растворе Cd^{2+} равен $8,10$ мкА. Из капилляра за 1 мин вытекает 15 капель ртути, а масса 25 капель равна $0,100$ г. Рассчитайте коэффициент диффузии Cd^{2+} в этих условиях.
3. Предельный диффузионный ток восстановления $0,004$ М TeO_3^{2-} на р.к.э равен $61,9$ мкА. Масса 20 капель ртути, вытекающих за 63 с, равна $0,0945$ г. Коэффициент диффузии TeO_3^{2-} $7,5 \cdot 10^{-6}$ $\text{см}^2\text{с}^{-1}$. Используя эти данные, напишите уравнение электродной реакции.

Кулонометрия

1. На титрование $25,00$ мл $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ электрогенерированными ионами Fe^{2+} из Fe^{3+} затрачено 1800 с при силе тока 200 мА. Рассчитайте концентрацию $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (М). Напишите уравнения реакций титрования и генерации титранта.
2. На колбе с раствором стерлась надпись. Это мог быть раствор соли Mg^{2+} или Al^{3+} с концентрацией 30 мкг/мл. Из $5,0$ мл раствора ион металла осадили 8-гидроксихинолином, осадок промыли, растворили в HCl и 8-гидроксихинолин оттитровали электрогенерированным Br_2 , затратив 5 мин 22 с при $I = 20$ мА. Выход по току 100% . Какой это раствор? Мол. масса: $\text{Al} - 26,98$; $\text{Mg} - 24,32$.
3. На титрование $8,10$ мг I^- электрогенерированными ионами MnO_4^- затрачено 5 мин при силе тока 25 мА. Рассчитайте выход по току. Мол. масса $\text{I} - 126,9$.

Хроматографические методы анализа

1. На хроматограмме получены пики при $0,84$ мин (неудерживаемый компонент А), при $10,60$ мин (компонент В) и $11,08$ мин (компонент С). Ширина пиков В и С соответствует $0,56$ и $0,59$ мин соответственно. Длина колонки - $28,3$ см, объем стационарной фазы - $12,3$ мл, подвижной фазы - $17,6$ мл. Рассчитайте: а) число теоретических тарелок колонки; б) высоту, эквивалентную теоретической тарелке, и укажите, что характеризует эта величина; в) коэффициент удерживания для компонентов В и С; г) коэффициенты распределения компонентов В и С; д) коэффициент селективности и разрешение пиков компонентов В и С. Нарисуйте хроматограмму.
2. При разделении на хроматографической колонке с объемом неподвижной фазы $1,5$ мл и объемом удерживания неудерживаемого компонента $2,5$ мл, соединения А и В имеют коэффициенты распределения $5,0$ и $15,0$ соответственно. Эффективность колонки - 20 теоретических тарелок. Рассчитайте, будет ли полным разделение веществ А и В. Какова должна быть эффективность колонки, чтобы получить 6σ -разделение компонентов А и В?
3. Стандартные отклонения хроматографического пика, связанные с некоторыми факторами размывания, составляют $0,0041$; $0,0011$; $0,0091$ и $0,0470$ см. Вычислите: а) стандартное отклонение ширины пика; б) эффективность колонки (Н, мкм) длиной 15 см; в) число теоретических тарелок, необходимое для 4σ -разделения двух веществ, если коэффициент селективности равен $1,03$.
4. Определите удерживаемый объем н-пентанола, если при 77°C и скорости потока газа-носителя 90 мл/мин на сорбенте Chromaton N AW DMCS, покрытом Carbowax 1500, получены следующие времена удерживания спиртов: метанол - $72,3$ с; этанол - 126 с; бутанол - 509 с. Пик неудерживаемого компонента появляется на хроматограмме через 30 с.

2.2. Самостоятельная работа

Вопросы к допуску к лабораторным занятиям

Спектроскопические методы анализа.

Атомно-эмиссионный метод. Принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрометра. Источники атомизации и возбуждения (атомизаторы): электрические разряды (дуговые, искровые, пониженного давления), пламена, плазменные источники (плазмотроны, индуктивно связанная плазма), лазеры. Особенности подготовки пробы и ее введения в атомизаторы различного типа. 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 (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра, лазеры), их характеристики.

Возможности, достоинства и недостатки метода, его сравнение с атомно-эмиссионным методом. Метрологические характеристики.

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

Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия).

Принципиальная схема прибора. Классификация аппаратуры с точки зрения способа монохроматизации (фотометры, спектрофотометры).

Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Принципиальная схема прибора. Спектральные и физико-химические помехи. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода, сравнение с методом спектрофотометрии. Преимущества люминесцентной спектроскопии при идентификации и определении органических соединений. Примеры использования.

Электрохимические методы анализа.

Прямая потенциометрия. Измерение потенциала. Индикаторные электроды. Ионометрия. Примеры практического применения ионометрии. Определение pH, ионов щелочных металлов, галогенид-ионов.

Потенциометрическое титрование. Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования; индикаторы. Использование реакций: кислотно-основных, осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления.

Примеры практического применения. Титрование фосфорной, смесей соляной и борной, соляной и уксусной кислот в водно-органических средах. Определение иодидов и хлоридов при совместном присутствии. Использование окислительно-восстановительного титрования для определения ионов металлов разных степеней окисления.

Вольтамперометрия. Современные виды вольтамперометрии: прямая и инверсионная, переменноточковая; хроноамперометрия с линейной разверткой (осциллополярография). Преимущества и ограничения по сравнению с классической полярографией.

Амперометрическое титрование. Индикаторные электроды. Выбор потенциала индикаторного электрода. Амперометрическое титрование с одним и двумя поляризованными электродами. Виды кривых титрования. Примеры практического применения вольтамперометрических методов и амперометрического титрования. Регистрация и расшифровка полярограммы индивидуального депольаризатора иона металла. Регистрация полярографического спектра. Определение концентрации веществ методом градуировочного графика и методом добавок с использованием классической, осциллографической, переменноточковой вольтамперометрии. Амперометрическое титрование с одним электродом цинка и бихромата калия.

Кулонометрия. Титрование электроактивных и электронеактивных компонентов. Определение конечной точки титрования. Преимущества и ограничения метода кулонометрического титрования по сравнению с другими титриметрическими методами.

Примеры практического применения. Определение малых количеств кислоты и щелочи, тиосульфата натрия, ионов металлов-окислителей.

Сравнительная характеристика чувствительности и избирательности, областей применения электрохимических методов.

Хроматографические методы анализа.

Способы получения хроматограмм (фронтальный, вытеснительный, элюентный). Селективность и эффективность хроматографического разделения. Качественный и количественный хроматографический анализ.

Газовая хроматография: Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) и газо-жидкостная. Схема газового хроматографа. Колонки. Основные типы детекторов, их чувствительность и селективность. Области применения газовой хроматографии.

Жидкостная хроматография. Виды жидкостной хроматографии. Преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии. Схема жидкостного хроматографа. Детекторы, их чувствительность и селективность.

Адсорбционная жидкостная хроматография. Области применения адсорбционной жидкостной хроматографии.

Ионообменная хроматография. 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.

Планарная хроматография. Способы получения плоскостных хроматограмм (восходящей, нисходящей, круговой, двумерной). Реагенты для проявления хроматограмм. Бумажная хроматография. Преимущества и недостатки. Тонкослойная хроматография. Сорбенты и подвижные фазы. Области применения.

Вопросы по методам количественного анализа для самоконтроля

Спектроскопические методы

14. Перечислите основные типы атомизаторов в атомно-эмиссионной спектроскопии. Какие из них пригодны для анализа растворов, какие – для анализа твердых проб?
15. Использование пламени в методе атомно-эмиссионной спектроскопии. Процессы, протекающие в пламени. Какие элементы можно определять пламенным эмиссионным методом с высокой чувствительностью?
16. Каковы способы атомизации вещества в атомно-абсорбционной спектроскопии?
17. Какой характер имеет зависимость степени атомизации вещества от температуры пламени, которое используется для его атомизации?
18. Какие источники излучения используют в методе атомной абсорбции. Чем обусловлена высокая селективность метода?
19. Какой метод - атомно-абсорбционной или атомно-эмиссионной спектроскопии целесообразно использовать для качественного анализа? Почему?
20. Приведите классификацию методов люминесценции.
21. Изобразите схематически взаимное расположение спектров поглощения и люминесценции вещества.
22. Основной закон светопоглощения. Причины отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера.
23. Представьте графически следующие зависимости (при соблюдении основного закона светопоглощения): $A=f(\lambda)$, $A=f(C)$, $\epsilon=f(C)$, $A=f(l)$.

Хроматографические методы

24. В чем состоит отличие хроматографии от других методов разделения?
25. Нарисуйте элюентную хроматограмму разделения двух веществ. Какие хроматографические параметры используют для идентификации компонентов смеси?
26. Какие параметры хроматографического пика используют для количественного анализа? Перечислите основные методы количественного хроматографического анализа.
27. Как выполняют качественный и количественный анализ методом тонкослойной хроматографии?

Электрохимические методы

28. Каков тип проводимости для металлических индикаторных электродов первого рода и мембранных электродов?
29. Какие типы мембран используют для изготовления ИСЭ?
30. Как устроен стеклянный электрод? Какие факторы влияют на его работу (функцию)?
31. Какие требования предъявляют к электродам сравнения? Приведите их примеры.
32. Сформулируйте законы Фарадея. Как определяют количество электричества в прямой кулонометрии и в кулонометрическом титровании?
33. Каковы преимущества кулонометрического титрования перед классической титриметрией?
34. Какие характеристики вольтамперограммы лежат в основе качественного и количественного анализа?
35. Какие факторы влияют на величину предельного диффузионного тока в полярографии?

3. Оценочные средства для промежуточной аттестации

3.1. Вопросы для подготовки к экзамену:

1. Хроматографические методы. Принципы и классификация. Хроматограммы и способы их получения. Основные теоретические положения и характеристики методов. Газовая хроматография. Требования к стационарным и подвижным фазам. Примеры практического применения.
2. Жидкостная хроматография. Требования к стационарным и подвижным фазам. Ионная хроматография. Бумажная и тонкослойная хроматография. Принципы методов. Примеры практического применения.
3. Электрохимические методы. Природа аналитического сигнала. Классификация методов. Электрохимическая ячейка. Индикаторные электроды и электроды сравнения.
4. Прямая потенциометрия. Индикаторные электроды. Классификация ионоселективных электродов. Характеристики ионоселективных электродов: электродная функция, коэффициент селективности, время отклика. Способы определения коэффициента селективности. Способы прямых потенциометрических измерений. Практическое применение ионометрии.
5. Потенциометрическое титрование. Общая характеристика метода. Способы нахождения конечной точки титрования. Индикаторные электроды в кислотно-основном, окислительно-восстановительном и осадительном титровании.
6. Кулонометрия. Законы Фарадея. Прямая кулонометрия. Условия потенциометрических измерений: достижение 100%-ного выхода по току; измерение количества электричества; определение конца электрохимической реакции.
7. Кулонометрическое титрование. Примеры определения электро-активных и электронеактивных веществ. Электрогенерированные кулонометрические титранты. Условия титрования: обеспечение 100%-ного выхода по току; измерение количества электричества; определение конца химической реакции. Преимущества перед другими титриметрическими методами.
8. Вольтамперометрия. Основы метода. Особенности электрохимической ячейки. Теоретические основы классической полярографии. Характеристики полярограммы. Потенциал полуволны. Диффузионный ток. Уравнение Ильковича. Практическое применение полярографии.
9. Полярографический спектр. Качественный анализ. Количественный анализ. Способы определения концентрации вещества. Возможности и ограничения метода.
10. Современные разновидности полярографии. Способы улучшения соотношения фарадеевский/емкостный ток. Возможности и ограничения осциллографической, импульсной и переменноточковой полярографии. Суть метода инверсионной вольтамперометрии.
11. Амперометрическое титрование. Выбор условий амперометрического титрования. Виды кривых титрования. Примеры практического применения.
12. Кинетические методы. Принцип методов. Индикаторные реакции. Метрологические характеристики некаталитических и каталитических методов.
13. Важнейшие характеристики спектральных линий (положение, интенсивность, ширина). Атомные и молекулярные спектры. Взаимосвязь основных характеристик спектральных линий с природой и количеством вещества (качественный и количественный анализ).
14. Атомно-эмиссионный метод. Источники возбуждения и атомизации. Физико-химические процессы в плазме. Качественный и количественный анализ. Области применения, метрологические характеристики методов.

15. Атомно-абсорбционный метод. Основные принципы. Использование пламен для атомизации вещества. Физико-химические процессы в пламенах. Непламенные методы атомизации. Селективность и чувствительность метода. Примеры практического применения.
16. Спектрофотометрический метод. Основной закон поглощения электромагнитного излучения. Молярный коэффициент поглощения. Применение метода для определения концентрации веществ. Чувствительность и селективность метода. Выбор оптимальных условий проведения фотометрических реакций. Интервал определяемых оптических плотностей.
17. Метод дифференциальной спектрофотометрии, его возможности и преимущества. Спектрофотометрические методы изучения равновесий в растворах. Определение констант кислотной диссоциации органических соединений.
18. Люминесцентный метод. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Закон Вавилова. Закон Стокса-Ломмеля. Правило зеркальной симметрии спектров поглощения и люминесценции (правило Левшина).
19. Тушение люминесценции. Классификация люминесценции. Чувствительность и селективность метода. Примеры практического применения.
20. Рентгеновские методы. Основные положения. Метрологические характеристики. Области применения.
21. Масс-спектрометрические методы. Основные положения. Метрологические характеристики. Области применения.
22. Аналитический сигнал. Способы выражения зависимости аналитический сигнал-содержание. Соотношение аналитический сигнал/шум. Контрольный опыт. Способы определения концентрации веществ. Правильность и воспроизводимость. Классификация погрешностей. Систематические погрешности. Проверка правильности анализа. Стандартные образцы.
23. Случайные погрешности. Статистическая обработка результатов измерений. Закон нормального распределения. t-Распределение. Сравнение дисперсий и средних двух методов анализа.

3.2. Шкала и критерии оценивания

Шкала оценивания знаний, умений и навыков является единой для всех дисциплин (приведена в таблице ниже)

ШКАЛА И КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)				
Оценка	2	3	4	5
Результат				
Знания	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания	Общие, но не структурированные знания	Сформированные систематические знания
Умения	Отсутствие умений	В целом успешное, но не систематическое умение	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение (допускает неточности непринципиального характера)	Успешное и систематическое умение

Навыки (владения)	Отсутствие навыков	Наличие отдельных навыков	В целом, сформированные навыки, но не в активной форме	Сформированные навыки, применяемые при решении задач
-------------------	--------------------	---------------------------	--	--

Разработчики:

ШЕХОВЦОВА ТАТЬЯНА НИКОЛАЕВНА, доктор химических наук, профессор кафедры аналитической химии МГУ, tnshekh@yandex.ru

ПРОСКУРНИН МИХАИЛ АЛЕКСЕЕВИЧ, доктор химических наук, профессор кафедры аналитической химии МГУ, proskurnin@gmail.com

ПИРОГОВ АНДРЕЙ ВЛАДИМИРОВИЧ, доктор химических наук, профессор кафедры аналитической химии МГУ, pirogov@analyt.chem.msu.ru