

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Российский университет дружбы народов»*

*Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)*

## РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

**Наименование дисциплины**

**«Физико-химические методы анализа»**

**Рекомендуется для направления подготовки**

**04.04.01 «ХИМИЯ»**

**Магистерская программа**

**«Биохимические технологии и нанотехнологии»**

**Квалификация (степень) выпускника МАГИСТР**

Москва, 2021

## 1. Цели и задачи дисциплины:

**Целью** изучения дисциплины «Физико-химические методы анализа» является знакомство студентов с общими принципами и проблемами химического анализа, объединенные общими основными задачами современной аналитической химии в области теории (элементы хемометрика) и практики: изучение логики, терминологии и содержания аналитической химии, выбор метода анализа и исследования, рациональное сочетание методов разделения, определения и концентрирования, сопоставление методов и результатов анализа на основе аналитико-метрологических характеристик, требования к качеству результатов химического анализа.

**Задача курса** «Физико-химические методы анализа» состоит:

- в изучении теоретических основ методов анализа на основе общих принципов аналитической химии;
- в освоении важнейших стандартных методик аналитической химии, широко используемых в современной практике, на содержательной основе которых становится возможным изучение циклов соответствующих специальных дисциплин направления;
- в осознании студентом важности аналитического контроля и проблем обеспечения качества результатов количественного химического анализа на основе действующих нормативных документов;
- в стимулировании творческой самостоятельной работы студента, направленной на углубленное изучение курса и на понимание сущности профессиональной ответственности аналитика;
- в освоении студентом одной из методических особенностей курса, связанной с активным использованием в нем номенклатурных правил и рекомендаций ИЮПАК.

**2. Место дисциплины в структуре ООП:** Согласно ОС ВО и ООП «Химия» дисциплина «Физико-химические методы анализа» относится к профессиональному циклу и является обязательной дисциплиной вариативной части профиля «Биохимические технологии и нанотехнологии».

В таблице № 1 приведены предшествующие и последующие дисциплины, направленные на формирование компетенций дисциплины в соответствии с ОС ВО и матрицей компетенций ОП ВО.

Таблица № 1

### Предшествующие и последующие дисциплины, направленные на формирование компетенций

№ п/п	Шифр и наименование компетенции	Предшествующие дисциплины	Последующие дисциплины (группы дисциплин)
-------	---------------------------------	---------------------------	---

Общепрофессиональные компетенции			
1	<b>ОПК-1.</b> Способен выполнять комплексные экспериментальные и расчетно-теоретические исследования в избранной области химии или смежных наук с использованием современных приборов, программного обеспечения и баз данных профессионального назначения	Биохимические технологии получения БАС	Введение в нанотехнологию; Основы фармацевтической технологии и нанотехнологии; Основы фитохимии и технологии фитопрепаратов
2	<b>ОПК-2.</b> Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ в избранной области химии или смежных наук	Биохимические технологии получения БАС	Актуальные задачи современной химии

### 1. Требования к результатам освоения дисциплины:

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование следующих компетенций:

№ п/п	Код и наименование компетенции	Код и наименование индикатора достижения компетенции
1	<b>ОПК-1.</b> Способен выполнять комплексные экспериментальные и расчетно-теоретические исследования в избранной области химии или смежных наук с использованием современных приборов, программного обеспечения и баз данных профессионального назначения	<b>ОПК-1.1.</b> Использует существующие и разрабатывает новые методики получения веществ и материалов для решения задач в избранной области химии или смежных наук; <b>ОПК-1.3.</b> Использует современные расчетно-теоретические методы химии для решения профессиональных задач
2	<b>ОПК-2.</b> Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ в избранной области химии или смежных наук	<b>ОПК-2.1.</b> Проводит критический анализ результатов собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ, корректно интерпретирует их; <b>ОПК-2.2.</b> Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ в избранной области химии или смежных наук.

В результате изучения дисциплины студент должен:

#### Знать:

- основные понятия, методы и процедуры качественного и количественного химико-аналитического исследования.
- основные положения теории химических и физико-химических методов анализа.
- принципы работы основных современных приборов в физико-химических методах анализа и исследования.
- специфику анализа высокочистых веществ и функциональных наноматериалов.

#### Уметь:

применить приобретенные концептуальные и практические навыки в профессиональной деятельности для решения конкретных задач в своей области, критически оценивать результаты химико-аналитического исследования, использовать современные способы поиска и анализа информации в области исследования различных объектов анализа, в том числе функциональных наноматериалов и высокочистых веществ.

### Владеть:

идеологией и методологией химического анализа и исследования, основными принципами выбора методов качественного и количественного анализа в химических и физико-химических исследованиях, обобщенной принципиальной оценкой возможностей каждого метода, метрологическими основами аналитической химии и процедурами контроля качества результатов количественного химического анализа.

#### **4. Объем дисциплины и виды учебной работы**

Общая трудоемкость дисциплины составляет 6 зачетных единиц.

Вид учебной работы	Всего часов	1 курс			
		Семестры			
		1	2	3	4
<b>Аудиторные занятия (всего)</b>	77	45	32		
Лекции	26	18	8		
Практические занятия (ПЗ)	34	18	16		
Лабораторные работы (ЛР)	17	9	8		
<b>Самостоятельная работа (всего)</b>	139	69	70		
<b>Итоговая аттестация</b>	Экзамен				
Общая трудоемкость, час зач. ед.	216	114	102		
	6	2	4		

#### **5. Содержание дисциплины**

##### **5.1. Содержание разделов дисциплины**

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела
1.	Основные понятия аналитической химии. Важнейшие параметры аналитической реакции: предел обнаружения, избирательность, условия выполнения. Методы обнаружения и идентификации химических элементов в виде образуемых ими ионов. Основные стадии химико-аналитического исследования. Тест-средства для химического анализа вне лабораторий.	Цели, задачи и основные понятия аналитической химии. Выбор метода анализа. Задачи методов аналитической химии. Классификация методов аналитической химии. Качественный неорганический химический анализ. Качественный анализ смесей ионов. Анализ катионов. Схема анализа. Качественный анализ анионов. Физические и физико-химические методы качественного анализа ионов. Сероводородная классификация катионов. Кислотно-основная классификация катионов. Химическое равновесие в реальных системах. Типы взаимодействий в реальных системах. Учет электростатических взаимодействий. Учет химических взаимодействий. Константы равновесия в реальных системах. Гетерогенные равновесия. Протолитические равновесия в водных растворах. Равновесия реакций комплексообразования.
2.	Методы количественного химического анализа. Принцип гравиметрического анализа. Основы титриметрического анализа. Расчеты в	Количественный химический анализ. Химические методы количественного анализа. Гравиметрия. Применение гравиметрических методов. Титриметрические методы. Классификация титриметрических методов. Способы титрования. Косвенное титрование. Кривые титрования.

	количественном анализе. Метрологическая оценка результатов количественного химического анализа.	Кислотно-основное титрование. Титрование многоосновных протолитов и смесей протолитов. Кислотно-основные индикаторы. Практическое применение кислотно-основного титрования. Методы определения солей аммония. Метод определения солей тяжелых металлов (титрование методом замещения). Метрологические основы аналитической химии.
3.	Введение в физико-химические методы анализа	Введение в физико-химические методы анализа. Классификация. Аналитический сигнал. Предел обнаружения.
4.	Спектральные методы анализа. Атомная спектроскопия. Атомно-эмиссионный и атомноабсорбционный методы.	Спектрометрические методы анализа. Атомная спектрометрия. Атомно-эмиссионный анализ. Рентгеновская спектрометрия. Атомно-эмиссионная фотометрия пламени. Атомно-абсорбционный метод. Атомноабсорбционная спектрофотометрия. Понятие о радиометрических методах.
5.	Молекулярная спектроскопия. Спектрофотометрия. Флуориметрия.	Молекулярная спектрометрия. Спектрофотометрический анализ. Приемы спектрофотометрии. Погрешности в спектрофотометрии. Флуориметрический анализ. Инфракрасная спектрометрия. Спектрометрия магнитного резонанса. Приемы спектрофотометрического анализа. Флуориметрический анализ.
6.	Электрохимические методы анализа. Классификация. Потенциометрия, вольтамперометрия, кулонометрия, кондуктометрия.	Электрохимические методы анализа. Кондуктометрия. Высокочастотное кондуктометрическое титрование. Электрохимическая ячейка. Гальванический элемент и электролитическая ячейка. Равновесные электрохимические системы. Неравновесные электрохимические системы. Диффузионный потенциал. Мембранный потенциал. Потенциометрия. Ионоселективные электроды. Прямая потенциометрия. Методы добавок. Потенциометрическое титрование. Вольтамперометрия. Классическая полярография. Способы улучшения соотношения емкостный ток - фарадеевский ток. Современные разновидности полярографии. Инверсионная вольтамперометрия. Амперометрия. Кулонометрия. Электрогравиметрия.
7.	Хроматографические методы. Классификация. Теория хроматографического разделения. Газовая, жидкостная, ионная хроматография.	Хроматографические методы анализа. Классификация хроматографических методов. Хроматограмма и хроматографические параметры. Общая теория хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Газовая хроматография. Газожидкостная хроматография. Устройство газового хроматографа. Газы – носители. Блок ввода и испарения пробы. Хроматографические колонки. Неподвижные жидкие фазы. Детекторы. Качественный газохроматографический анализ. Количественный газохроматографический анализ.

		Жидкостная хроматография. Ионообменная хроматография. Ионообменное равновесие. Гель – хроматография. Бумажная хроматография. Качественный и количественный анализ. Обнаружение и идентификация пятен. Тонкослойная хроматография.
8.	Методы выделения, разделения и концентрирования. Гибридные методы. Автоматизация химического анализа. Объекты химического анализа. Обзор современных приборов ведущих фирм.	Автоматизация анализа растворов. Проблема выбора метода анализа. Концентрирование. Понятие об анализе высокочистых веществ. Масс-спектрометрические методы элементного анализа функциональных материалов.

## 5.2. Разделы дисциплин и виды занятий

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Лекц.	Семи нары	Лаб. зан.	СРС	Всего час.
1.	Основные понятия аналитической химии. Важнейшие параметры аналитической реакции: предел обнаружения, избирательность, условия выполнения. Методы обнаружения и идентификации химических элементов в виде образуемых ими ионов. Основные стадии химико-аналитического исследования. Тест-средства для химического анализа вне лабораторий.	3	4	3	14	24
2.	Методы количественного химического анализа. Принцип гравиметрического анализа. Основы титриметрического анализа. Расчеты в количественном анализе. Метрологическая оценка результатов количественного химического анализа.	3	5	6	14	28
3.	Введение в физико-химические методы анализа.	3	5	2	14	24
4.	Спектральные методы анализа. Атомная спектроскопия. Атомно-эмиссионный и атомноабсорбционный методы. Раман-спектроскопия.	3	5	1	14	23
5.	Молекулярная спектроскопия. Спектрофотометрия. Флуориметрия.	3	5	2	14	24
6.	Электрохимические методы анализа. Классификация. Потенциометрия, вольтамперометрия, кулонометрия, кондуктометрия.	3	5	-	14	22
7.	Хроматографические методы. Классификация. Теория хроматографического разделения. Газовая, газожидкостная, жидкостная, ионная хроматография.	4	5	3	14	26

8.	Методы выделения, разделения и концентрирования. Гибридные методы. Автоматизация химического анализа. Объекты химического анализа. Обзор современных приборов ведущих фирм.	4	-	-	14	18
9.	Итоговая аттестация				27	27
	ВСЕГО	26	34	17	139	216

### 6. Лабораторный практикум

№ п/п	№ раздела дисциплины	Наименование лабораторных работ	Трудо-емкость (час.)
1.	1	Качественный химический анализ. Идентификация сухой соли.	3
2.	2	Титриметрические методы анализа для количественного определения веществ. Определение содержания карбоната натрия в растворе методом кислотно-основного титрования	6
3	3	Количественное определение веществ физико-химическими методами	2
4	4	Метод спектроскопии комбинационного рассеяния света (Raman- спектроскопия).	1
5	5	Определение структуры вещества методом ИК-спектроскопии.	2
6	7	Газовая хроматография в контроле качества лекарственных препаратов.	3

### 7. Практические занятия (семинары)

№ п/п	№ раздела дисциплины	Тематика практических занятий (семинаров)	Трудо-емкость (час.)
1.	1	Методы обнаружения и идентификации химических элементов в растворе. Основы методологии качественного химического анализа. Основные стадии качественного химического анализа.	4
2.	2	Теоретические основы физико-химических методов анализа. Аналитические реакции, используемые в физико-химических методах анализа. Основные типы химических равновесий в гомогенных и гетерогенных системах, лежащие в основе методов количественного анализа (кислотно-основные взаимодействия, реакции комплексообразования, окисления – восстановления, осаждения). Методы количественного химического анализа. Основы титриметрического анализа.	5

3	3	Физико-химические методы анализа. Основы аналитической метрологии и правила представления результатов количественного анализа.	5
4	4	Рубежная контрольная работа по теме «Химические методы анализа».	5
5	5	Физико-химические методы анализа. Спектральные методы анализа. Молекулярная спектроскопия. Спектрофотометрия. Флуориметрия.	5
6	6	Физико-химические методы анализа. Электрохимические методы анализа. Кондуктометрия. Потенциометрия (ионометрия и потенциометрическое титрование), вольтамперометрические методы анализа.	5
7	7	Физико-химические методы анализа. Хроматографические методы. Газо-жидкостная хроматография и ВЭЖХ. Ионообменная хроматография. Эксклюзионная хроматография. Тонкослойная и бумажная хроматография.	5

### 9. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины:

а) основная литература:

1. Стойнова А.М. Лабораторный практикум по изучению методов термического анализа (ТГ, ДТА, ДСК) : учебно-методическое пособие / А.М. Стойнова, Я.М. Станишевский. – Москва : РУДН, 2016. – 43 с.:ил.
2. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов. Под редакцией Быковского С.Н., Василенко И.А. и др. - М.: Изд-во «Перо», 2014. – 656 с.

б) программное обеспечение:

Microsoft Windows XP Professional Russian Upgrade Academic Open No Level, Лицензия № 15988873, дата выдачи 15.01.2003 г.; Microsoft Office 2007 Russian Academic Open No Level, лицензия № 43178981, дата выдачи 12.12.2007 г. (Windows 7, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials).

### 10. Материально-техническое обеспечение дисциплины:

1. Учебная аудитория для проведения занятий лекционного типа, ауд. 636. Оснащенность: комплект специализированной мебели; технические средства: Мультимедийный проектор Everysom, Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M\_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1шт. Обеспечен выход в интернет.
2. Учебная лаборатория для проведения лабораторных занятий, лаб. П-6. Оснащенность: комплект специализированной мебели; аналитико-технологический комплекс NTI; сканирующий нанотвердомер НаноСкан-3D; лазерный интерференционный микроскоп МИМ-310; система оптического анализа образцов для наноисследований на базе микроскопа Nikon Eclipse MA200; профилометр Stylus Profiler Dektak 15.
3. Учебная лаборатория для проведения лабораторных занятий, лаб. П-8. Оснащенность: комплект специализированной мебели; прибор для количественного определения наночастиц Nanophox PSS; спектрофотометр Lambda 950.
4. Учебная лаборатория для проведения лабораторных занятий, лаб. П-13. Оснащенность: комплект специализированной мебели; роторный испаритель RV8 IKA Werke GmbH. RV 8; рН-метр лабораторный АНИОН-4100 «Евростандарт ТП», г. Санкт - Петербург;



плазменный комплекс Горыныч ГП37-10. ООО «Аспромт» Россия; ротационный вискозиметр Brookfield DV3TLV с поверкой (Страна происхождения США; Фирма «Brookfield Engineering Laboratories, Inc»); ультразвуковой генератор И100-840; прибор экологического контроля «Биотокс-10М»; бидистиллятор стеклянный БС; весы аналитические РА64С «ОНАУС».

5. Учебная лаборатория для проведения лабораторных занятий, лаб. П-19. Оснащенность: комплект специализированной мебели; прибор синхронного термического анализа NETZSCH Jupiter F1 с квадрупольным масс-анализатором.

6. Учебная лаборатория для проведения лабораторных занятий, лаб. П-36. Оснащенность: комплект специализированной мебели; Аналитический просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM 2100 система ионной резки образцов образцов для проведения анализа JEOL ION SLICER EM-09100 IS.

## 11. Методические рекомендации по организации изучения дисциплины:

### Фонды оценочных средств для проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации

Работа в семестре

Максимальное число баллов, набранных в семестре – 100

Экзамен – 40 баллов.

Вид задания	Число заданий	Кол-во баллов	Сумма баллов
1. Посещение лекций	-	-	-
2. Лабораторные работы		5	30
3. Практические занятия	-	-	-
4. Домашние задания	-	-	-
5. Контрольные работы	2	10	20
6. Рубежная аттестация	-	-	-
7. СУРС	1	10	10
8. Реферат	1	10	10
9. Коллоквиум	-	-	-
10. Экзамен	1	30	30
<b>ИТОГО</b>			<b>100</b>

Соответствие систем оценок (используемых ранее оценок итоговой академической успеваемости, оценок ECTS и балльно-рейтинговой системы (БРС) оценок текущей успеваемости) (В соответствии с Приказом Ректора №996 от 27.12.2006 г.):

Баллы БРС	Традиционные оценки в РФ	Баллы для перевода оценок	Оценки	Оценки ECTS
86 - 100	5	95 - 100	5+	A
		86 - 94	5	B
69 - 85	4	69 - 85	4	C
		61 - 68	3+	D
51 - 68	3	51 - 60	3	E
		31 - 50	2+	FX
0 - 50	2	0 - 30	2	F

График проведения письменных контрольных работ формируется в соответствии с календарным планом курса.

Студенты обязаны сдавать все задания в сроки, установленные преподавателем.

Разрешается однократно переписать контрольную работу, если по ней получено менее половины планируемых баллов, при этом аннулируются ранее полученные по этой контрольной работе баллы. Срок переписывания устанавливает преподаватель. Итоговая контрольная работа не переписывается.

Использование источников (в том числе конспектов лекций и лабораторных занятий) во время выполнения письменной контрольной работы возможно только с разрешения преподавателя.

Время, которое отводится студенту на выполнение письменной работы (контрольной тестовой работы), устанавливается преподавателем. По завершении отведённого времени студент должен сдать работу преподавателю, вне зависимости от того, завершена она или нет.

Отсрочка в переписывании контрольных работ и сдачи домашнего задания считается уважительной только в случае болезни студента, что подтверждается наличием у него медицинской справки. В этом случае выполнение контрольных работ осуществляется в сроки, указанные преподавателем.

Студент допускается к итоговой контрольной работе с любым количеством баллов, набранном в семестре, но при условии, что у студента имеется теоретическая возможность получить не менее 31 балла.

Если в итоге за семестр студент получил менее 31 балла, то ему выставляется оценка F и студент должен повторить эту дисциплину в установленном порядке. Если же в итоге студент получил не менее 31 балла, т. е. FX, то студенту разрешается добор необходимого (до 51) количества баллов. Добор баллов осуществляется путем повторного одноразового выполнения предусмотренных контрольных мероприятий, при этом аннулируются соответствующие предыдущие результаты. Ликвидация задолженностей проводится по согласованию с деканатом.

Экзамен содержит 3 вопроса. На подготовку к ответу отводится 1 час, после чего может производиться устный опрос студента. Оценивается работа из 40 баллов независимо от оценки, полученной в семестре.

### **Вопросы для подготовки к экзамену**

1. Элементный, фазовый, функциональный (структурный) анализ.
2. Количественный и качественный анализ органических и неорганических веществ.
3. Основные требования, предъявляемые к методам химического анализа.
4. Пути повышения избирательности аналитических реакций.
5. Современные физико-химические методы идентификации элементов и соединений.
6. Общая характеристика химического анализа как измерительного процесса.
7. Основные метрологические характеристики методов, методик и результатов анализа, способы их оценки: правильность, прецизионность, предел обнаружения, коэффициент чувствительности, нижняя и верхняя граница определяемых содержаний, селективность, экспрессность.
8. Сравнение методов по их аналитико-метрологическим характеристикам.
9. Основные типы реакций, применяемых в аналитической химии: кислотно – основное взаимодействие, комплексообразование, осаждение–растворение, окисление–восстановление.
10. Факторы, влияющие на химическое равновесие (комплексообразование, образование малорастворимых соединений, изменение степени окисления определяемого иона, природы растворителя, ионной силы, температуры, состава раствора).
11. Равновесия аналитических реакций и управление ими.
12. Использование реакций комплексообразования в аналитической химии (маскирование, растворение, концентрирование, обнаружение и количественное определение).

13. Реакции осаждения в анализе. Константа равновесия реакций осаждения–растворения; факторы, влияющие на растворимость осадков.
14. Окислительно-восстановительные реакции. Направление реакций окисления-восстановления.
15. Принципы и задачи количественного анализа.
16. Классификация методов количественного анализа.
17. Требования, предъявляемые к химическим реакциям в количественном анализе.
18. Этапы количественного определения. Представительность результатов анализа.
19. Сущность гравиметрического анализа.
20. Осаждаемая и гравиметрическая формы; требования, предъявляемые к ним.
21. Важнейшие операции (этапы) гравиметрического анализа.
22. Принципы титриметрии. Титрование и его этапы.
23. Графическое изображение процесса титрования – кривые титрования, их виды.
24. Аналитико-метрологическая характеристика титриметрических методов.
25. Типы реакций, используемых в титриметрическом анализе; требования, предъявляемые к ним.
26. Классификация титриметрических методов анализа.
27. Сущность метода кислотно-основного титрования. Кривые кислотно-основного титрования.
28. Расчет и построение теоретических кривых титрования сильных и слабых одноосновных протолитов.
29. Факторы, влияющие на величину скачка на кривых кислотно-основного титрования.
30. Примеры практического применения метода кислотно-основного титрования.
31. Комплексометрическое титрование.
32. Комплексоны как хелатообразующие реагенты и их свойства.
33. Особенности реакции комплексообразования (хелатообразования) ионов металлов с ЭДТА. Применение комплексонов в аналитической химии в качестве маскирующих агентов.
34. Осадительное титрование.
35. Конкретные примеры практических определений хлоридов и сульфатов.
36. Достоинства и недостатки гравиметрического метода анализа.
37. Методы окислительно-восстановительного титрования.
38. Общая характеристика методов окислительно-восстановительного титрования.
39. Окислительно-восстановительный потенциал и окислительно-восстановительная реакция.
40. Факторы, влияющие на величину окислительно-восстановительного потенциала.
41. Перманганатометрия. Характеристика метода.
42. Условия проведения перманганатометрических определений. Вещества, определяемые перманганатометрическим методом.
43. Иодометрия. Характеристика метода, условия проведения иодометрического определения веществ.
44. Классификация физико-химических методов анализа.
45. Методы концентрирования веществ в аналитической химии.
46. Методика количественных измерений при выполнении аналитических определений (способы внешнего и внутреннего стандарта, добавок, титрования, дифференциальные приемы) в физико-химических методах анализа, их характеристика и условия применения.
47. Понятие об аккредитованной лаборатории химического анализа.
48. Спектральные методы анализа
49. Получение химико-аналитической информации при взаимодействии электромагнитного излучения с веществом.
50. Классификация спектральных методов анализа.

51. Атомная и молекулярная спектроскопия.
52. Эмиссионные и абсорбционные методы анализа.
53. Понятие о рентгеновской спектрометрии: рентгеновский эмиссионный и флуоресцентный анализ.
54. Атомно-эмиссионный спектральный анализ.
55. Теоретические основы атомно-эмиссионного спектрального анализа. Виды плазм.
56. Атомно-эмиссионная фотометрия пламени.
57. Виды низкотемпературной плазмы и их характеристика. Пламенная, используемые в методе.
58. Методы количественных определений в пламенной фотометрии. Области применения.
59. Атомно-абсорбционная спектрофотометрия. Общая характеристика метода.
60. Сравнение аналитических характеристик методов атомной абсорбции и атомной эмиссии.
61. Методы оптической молекулярной спектроскопии.
62. Поглощение электромагнитного излучения молекулами. Электронные переходы и спектры поглощения молекул.
63. Дифференциальная фотометрия. Метод одно- и двусторонней дифференциальной фотометрии.
64. Методы спектрофотометрического титрования.
65. Турбидиметрический и нефелометрический методы анализа.
66. Флуориметрические методы анализа. Общая характеристика метода.
67. Флуоресценция и фосфоресценция.
68. Классификация электрических методов анализа. Классификация электродов и электрохимических ячеек.
69. Используемые химические и электрохимические реакции, требования, предъявляемые к этим реакциям. Возможности электрических методов анализа.
70. Кондуктометрия и кондуктометрическое титрование. Общая характеристика метода.
71. Возможности метода кондуктометрического титрования, достоинства, недостатки. Примеры определений.
72. Осциллометрия и высокочастотное титрование. Особенности метода. Возможности метода. Примеры определений.
73. Потенциометрия и потенциометрическое титрование. Определение метода.
74. Вольтамперометрические методы анализа.
75. Классическая полярография, основы метода.
76. Амперометрическое титрование. Общая характеристика метода. Возможности, достоинства и недостатки метода. Примеры практического использования.
77. Кулонометрический метод анализа. Классификация методов кулонометрии. Области применения.
78. Электрогравиметрический анализ. Способы выполнения определений. Общая характеристика метода. Достоинства и недостатки метода.
79. Хроматографические методы анализа.
80. Классификация методов хроматографии по агрегатному состоянию фаз, по механизму разделения и способу оформления процесса.
81. Физико-химические основы хроматографического процесса.
82. Газожидкостная хроматография. Общая характеристика метода.
83. Требования, предъявляемые к неподвижной и подвижной фазам.
84. Детекторы, их классификация и требования к ним.
85. Методы идентификации веществ в газовой хроматографии.
86. Классификация методов жидкостной хроматографии. Особенности ВЭЖХ.
87. Типы детекторов в ВЭЖХ.
88. Жидкостно-адсорбционная ВЭЖХ.

89. Нормально-фазовый и обращено-фазовый варианты: сорбенты, элюенты, разделяемые вещества.
90. Методы идентификации веществ и количественного анализа в ВЭЖХ. Достоинства и недостатки ВЭЖХ.
91. Ион-парная хроматография. Примеры практического использования ВЭЖХ в анализе.
92. Распределительная бумажная хроматография. Основы бумажной хроматографии. Подвижная и неподвижная фазы.
93. Ионообменная и ионная хроматография. Сущность метода.
94. Требования, предъявляемые к реакциям ионного обмена.
95. Особенности ионообменной хроматографии. Ионообменное равновесие.
96. Гель-хроматография. Подвижная и неподвижная фазы.
97. Возможности эксклюзивной (гель-) хроматографии. Примеры практического использования.
98. Сравнительная характеристика хроматографических методов.
99. Основные направления применения хроматографии в контроле технологических процессов и уровня загрязнений при анализе объектов окружающей среды.
100. Оптимизация хроматографического разделения в газо-жидкостной и жидкостной хроматографии.
101. Сравнение методов газовой и жидкостной хроматографии.

## Темы рефератов.

1. Спектральные методы анализа. Основные понятия. Блок схемы приборов при испускании и поглощении. Люминисценция, фосфорисценция. Основные понятия. Виды излучений.
2. ИК-спектроскопия. Основы метода. УФ-спектроскопия. Основы метода. Основные понятия ИК- и УФ-спектроскопии. Пробоподготовка. Использование в анализе. Блок-схемы приборов.
3. Флуоресцентная спектроскопия, основы метода. Основные понятия. Блок-схема прибора. Использование в аналитических целях. Круговой дихроизм.
4. Масс-спектрометрия органических соединений. Основы метода. Основы метода. Блок-схема прибора. Ионные источники.
5. Принципы использования масс-спектрометрии в анализе органических соединений. Принципы использования. Способы идентификации веществ по масс-спектру.
6. Хроматография. Классификация хроматографических методов. Классификация хроматографических методов. Области использования. Основные параметры в хроматографии.
7. Газо-жидкостная хроматография. Основы метода. Основные понятия. Блок-схема прибора. Виды используемых детекторов.
8. Жидкостная хроматография. Основы метода. Основные понятия. Блок-схема прибора.
9. Радиоспектроскопия. Основы метода. Основные понятия и параметры. Области использования Сравнение методов ЯМР и ЭПР.
10. Информация, извлекаемая из спектров ЯМР. Химический сдвиг. Константа спин-спинового взаимодействия. Интегрирование сигналов. Способы достижения резонанса.
11. Основы ЯМР. Импульсная Фурье спектроскопия ЯМР. Основные понятия. Основы техники импульсной Фурье спектроскопии. Виды используемых магнитов.

### **Распределение тем учебной дисциплины по модулям (количество баллов в каждом модуле, форма оценивания текущей учебной работы студентов и проведения рубежного контроля)**

#### Блок I.

Цели, задачи и основные понятия аналитической химии. Выбор метода анализа. Задачи методов аналитической химии. Классификация методов аналитической химии. Качественный неорганический химический анализ. Качественный анализ смесей ионов. Анализ катионов. Схема анализа. Качественный анализ анионов. Физические и физико-химические методы качественного анализа ионов. Сероводородная классификация катионов. Кислотно-основная классификация катионов. Химическое равновесие в реальных системах. Типы взаимодействий в реальных системах. Учет электростатических взаимодействий. Учет химических взаимодействий. Константы равновесия в реальных системах. Гетерогенные равновесия. Протолитические равновесия в водных растворах. Равновесия реакций комплексообразования.

Количественный химический анализ. Химические методы количественного анализа. Гравиметрия. Применение гравиметрических методов. Титриметрические методы. Классификация титриметрических методов. Способы титрования. Косвенное титрование. Кривые титрования. Кислотно-основное титрование. Титрование многоосновных протолитов и смесей протолитов. Кислотно-основные индикаторы. Практическое применение кислотно-основного титрования. Методы определения солей аммония. Метод определения солей тяжелых металлов (титрование методом замещения). Метрологические основы аналитической химии.

Введение в физико- химические методы анализа. Классификация. Аналитический сигнал. Предел обнаружения.

Спектрометрические методы анализа. Атомная спектрометрия. Атомно-эмиссионный анализ. Рентгеновская спектрометрия. Атомно-эмиссионная фотометрия пламени. Атомно-абсорбционный метод. Атомноабсорбционная спектрофотометрия. Понятие о радиометрических методах.

## Блок II.

Молекулярная спектрометрия. Спектрофотометрический анализ. Приемы спектрофотометрии. Погрешности в спектрофотометрии. Флуориметрический анализ. Инфракрасная спектрометрия. Спектрометрия магнитного резонанса. Приемы спектрофотометрического анализа. Флуориметрический анализ.

Электрохимические методы анализа. Кондуктометрия. Высокочастотное кондуктометрическое титрование. Электрохимическая ячейка. Гальванический элемент и электролитическая ячейка. Равновесные электрохимические системы. Неравновесные электрохимические системы. Диффузионный потенциал. Мембранный потенциал. Потенциометрия. Ионоселективные электроды. Прямая потенциометрия. Методы добавок. Потенциометрическое титрование. Вольтамперометрия. Классическая полярография. Способы улучшения соотношения емкостный ток - фарадеевский ток. Современные разновидности полярографии. Инверсионная вольтамперометрия. Амперометрия. Кулонометрия. Электрогравиметрия.

Хроматографические методы анализа. Классификация хроматографических методов. Хроматограмма и хроматографические параметры. Общая теория хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Газовая хроматография. Газожидкостная хроматография. Устройство газового хроматографа. Газы – носители. Блок ввода и испарения пробы. Хроматографические колонки. Неподвижные жидкие фазы. Детекторы. Качественный газохроматографический анализ. Количественный газохроматографический анализ. Жидкостная хроматография. Ионообменная хроматография. Ионообменное равновесие. Гель – хроматография. Бумажная хроматография. Качественный и количественный анализ. Обнаружение и идентификация пятен. Тонкослойная хроматография.

Автоматизация анализа растворов. Проблема выбора метода анализа. Концентрирование. Понятие об анализе высокочистых веществ. Масс-спектрометрические методы элементного анализа функциональных материалов.

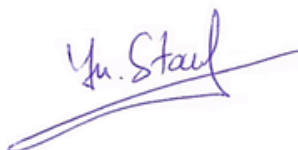
Экзамен содержит 2 вопроса. На подготовку к ответу отводится 1,5 часа, после чего может производиться устный опрос студента. Оценивается работа из 30 баллов независимо от оценки, полученной в семестре.

Разработчики:

Профессор ИБХТН И.А Василенко

Ассистенты В.Ю. Жилкина, А.М. Стойнова

Директор ИБХТН д.х.н.



**Я.М. Станишевский**

**ФГАОУ ВО «Российский университет дружбы народов»  
Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)**

# **ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ПО УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЕ**

Физико-химические методы анализа

(наименование дисциплины)

04.04.01 Химия

(код и наименование направления подготовки)

«Биохимические технологии и нанотехнологии»

(наименование профиля подготовки)

Магистр

Квалификация (степень) выпускника



Паспорт фонда оценочных средств по дисциплине «Физико-химические методы анализа»

Код контролируемой компетенции	Контролируемый раздел дисциплины	ФОСы (формы контроля уровня освоения ООП)				
		Аудиторная работа		Самостоятельная работа		Экзамен / зачет
		Выполнение лабораторной работы	Контрольная работа	Реферат	СУРС (ДЗ)	
ОПК-1, ОПК-2	Титриметрические методы анализа для количественного определения веществ.	5	10	10	10	30
	Потенциометрия в количественном определении кислот.	5				
	Количественное определение веществ спектрофотометрическим методом.	5				
	Практическое применение метода ЯМР в анализе различных соединений		10			
	Применение масс-спектропии в анализе органических соединений					
	Хроматографические методы фармацевтического анализа					
	Термогравиметрический анализ оксалата кальция.	5				
	Проведение ДТА/ТГА анализа.	5				
	Проведение ДСК парацетамола.	5				
	Применение методов ИК-спектропии в определении подлинности лекарственных препаратов					
	Атомно-абсорбционная спектроскопия в фармацевтическом анализе					
	Капиллярный электрофорез и его применение в фармацевтическом анализе					

## Содержание.

1. Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по модулям
2. Вопросы для подготовки к экзамену
3. Темы рефератов
4. Контрольная работа по Блоку I
5. Контрольная работа по Блоку II
6. Экзаменационные билеты

## 1. Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по модулям:

По дисциплине «Физико-химические методы анализа»

### Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по Блоку I

#### *Лабораторная работа №1*

1. В чем суть титриметрического метода анализа?
2. Объясните что такое конечная точка титрования, в чем отличие от точки эквивалентности?
3. Объясните, с помощью чего детектируют конечную точку титрования.
4. Назовите методы титриметрического анализа в зависимости от типа реакции, лежащего в основе анализа.
5. Какие виды титрования применяются в фармацевтическом анализе? Приведите примеры.
6. Что такое индикаторы?
7. Что называют интервалом перехода окраски индикатора?
8. Как связаны константа кислотности и интервал перехода окраски индикатора?
9. Объясните, от чего зависит выбор индикатора для титрования?
10. От чего зависит выбор растворителя для титрования?

#### *Лабораторная работа №2*

1. Объясните суть потенциометрического титрования.
2. Что служит детектором точки эквивалентности при потенциометрии?
3. Что такое электрохимическая ячейка?
4. Что такое электролит?
5. Какие электроды применяются в потенциометрии?
6. Что представляет собой электрод?
7. Как генерируется потенциал электрода?
8. От чего зависит потенциал электрода индикаторного?
9. Что представляет собой кривая титрования?
10. Как с помощью кривой титрования установить точку эквивалентности?

#### *Лабораторная работа №3*

1. Объясните суть фотометрического метода
2. Объясните, почему рассеянные и поглощенные называются взаимно дополнительными лучами?
3. Какова природа возникновения цвета вещества?

4. Для исследования каких параметров, явлений и показателей может быть использован метод фотометрии?
5. Объясните принцип работы спектрофотометра.
6. Объясните правило выбора области фотометрирования.
7. На каком законе основано определение концентрации вещества с помощью метода фотометрии?
8. Чем объясняется необходимость использования кюветы сравнения?
9. В каких случаях возможны отклонения от закона Ламберта - Бугера – Бера?
10. Объясните принцип подбора светофильтров.

### **Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по Блоку II**

#### ***Лабораторная работа №1***

1. Что представляет собой ТГА?
2. Какие факторы влияют на точность и воспроизводимость результатов анализа?
3. Каким свойством должен обладать образец, чтобы соответствовать параметрам для проведения ТГА?
4. Каким образом должна происходить пробоподготовка анализа?
5. В каких координатах строится кривая ТГА?
6. Какие выводы можно сделать при получении ТГ-кривой?
7. В каких областях применяется метод ТГА?

#### ***Лабораторная работа №2***

1. Что собой представляет метод ДТА?
2. Какие процессы могут проходить в образце во время проведения ДТА?
3. С помощью какого уравнения определяется дифференциальная кривая?
4. В результате чего температура образца и эталона становится различной?
5. В каких областях применяется ДТА?
6. В каких координатах производится построение кривой ДТА?
7. Каким образом может происходить построение кривой ДТА?

#### ***Лабораторная работа №3***

1. В чем заключается метод ДСК?
2. Какие свойства объектов измеряют с помощью ДСК?
3. Какие выходные данные получают при проведении ДСК?
4. Какие процессы протекают при проведении ДСК?
5. В чём заключается преимущество метода ДСК?
6. Какие основные характеристики позволяет получать ДСК?

## 2. Вопросы для подготовки к экзамену

### По дисциплине «Физико-химические методы анализа»

1. Классификация методов анализа: химические методы анализа, инструментальные методы анализа, биологические методы анализа.
2. Количественный и качественный анализ органических и неорганических веществ.
3. Основные требования, предъявляемые к методам химического анализа.
4. Вид аналитического сигнала - интегральный, дифференциальный, соотношение -сигнал - шум, цифровая, аналоговая форма записи сигнала, способы использования компьютеров в инструментальных методах анализа.
5. Современные физико-химические методы идентификации элементов и соединений.
6. Общая характеристика химического анализа как измерительного процесса.
7. Основные метрологические характеристики методов, методик и результатов анализа, способы их оценки: правильность, прецизионность, предел обнаружения, коэффициент чувствительности, нижняя и верхняя граница определяемых содержаний, селективность, экспрессность.
8. Методика количественных измерений при выполнении аналитических определений (способы внешнего и внутреннего стандарта, добавок, титрования, дифференциальные приемы) в физико-химических методах анализа, их характеристика и условия применения.
9. Виды биологических методов анализа.
10. Спектральные методы анализа
11. Классификация спектральных методов анализа.
12. Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой областях. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема приборов. Пробоподготовка.
13. Спектроскопия в инфракрасной области. Применение данного вида спектроскопии. Характеристические полосы поглощения. Корреляционные таблицы. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
14. Атомная и молекулярная спектроскопия.
15. Эмиссионные и абсорбционные методы анализа.
16. Понятие о рентгеновской спектрометрии: рентгеновский эмиссионный и флуоресцентный анализ.
17. Атомно-эмиссионный спектральный анализ.
18. Теоретические основы атомно-эмиссионного спектрального анализа. Виды ионизаторов.
19. Атомно-эмиссионная фотометрия пламени.
20. Виды низкотемпературной плазмы и их характеристика.
21. Методы количественных определений в пламенной фотометрии. Области применения.
22. Атомно-абсорбционная спектрофотометрия. Общая характеристика метода.
23. Сравнение аналитических характеристик методов атомной абсорбции и атомной эмиссии.
24. Спектроскопия ЯМР. Основы метода. Химический сдвиг, константы спин-спинового взаимодействия, интегральная интенсивность сигнала.

25. Применение спектроскопии ЯМР. Особенности спектроскопии на ядрах углерода  $^{13}\text{C}$ . Блок-схема приборов, пробоподготовка.
26. Методы оптической молекулярной спектроскопии.
27. Поглощение электромагнитного излучения молекулами. Электронные переходы и спектры поглощения молекул. Характер взаимодействия электромагнитного излучения с веществом.
28. Получение химико-аналитической информации при взаимодействии электромагнитного излучения с веществом.
29. Дифференциальная фотометрия. Метод одно- и двусторонней дифференциальной фотометрии.
30. Методы спектрофотометрического титрования.
31. Турбидиметрический и нефелометрический методы анализа.
32. Флуориметрические методы анализа. Общая характеристика метода.
33. Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема прибора, Пробоподготовка.
34. Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм. Применение методов. Блок-схема приборов. Пробоподготовка.
35. Хроматография. Основы метода.
36. Классификация методов хроматографии по агрегатному состоянию фаз, по механизму разделения и способу оформления процесса.
37. Физико-химические основы хроматографического процесса.
38. Газовая хроматография. Основы метода. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
39. Жидкостная хроматография. Основа метода. Классификация методов жидкостной хроматографии. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
40. Газожидкостная хроматография. Общая характеристика метода.
41. Требования, предъявляемые к неподвижной и подвижной фазам.
42. Детекторы, их классификация и требования к ним.
43. Методы идентификации веществ в газовой хроматографии.
44. Классификация методов жидкостной хроматографии. Особенности ВЭЖХ.
45. Типы детекторов в ВЭЖХ.
46. Нормально-фазовый и обращено-фазовый варианты: сорбенты, элюенты, разделяемые вещества.
47. Методы идентификации веществ и количественного анализа в ВЭЖХ. Достоинства и недостатки ВЭЖХ.
48. Распределительная бумажная хроматография. Основы бумажной хроматографии. Подвижная и неподвижная фазы.
49. Ионообменная и ионная хроматография. Сущность метода.
50. Требования, предъявляемые к реакциям ионного обмена. Особенности ионообменной хроматографии. Ионообменное равновесие.
51. Основы эксклюзионной (гель-) хроматографии, афинной хроматографии. Применение данных видов хроматографии.
52. Гель-хроматография. Подвижная и неподвижная фазы.

53. Сравнительная характеристика хроматографических методов.

### **3. Темы рефератов**

#### **По дисциплине «Физико-химические методы анализа»**

1. Компьютеризированные системы в организации работы аналитических лабораторий.
2. Стандартные образцы в контроле качества. Законодательная и нормативная база применения стандартных образцов.
3. Методы исследования молекулярно-массового распределения полимеров.
4. Особенности определения подлинности: для низкомолекулярных веществ, для биофармацевтических препаратов.
5. Методы анализа хиральных молекул.
6. План проведения валидационных процедур для методов исследования показателя «содержание основного вещества и примесей».
7. Определение подлинности с использованием спектроскопии ЯМР.
8. Виды детекторов в жидкостной хроматографии. Принципы выбора типа детекторов.
9. Определение брутто-формулы с использованием масс-спектров.
10. Использование спектроскопии ЯМР  $^{13}\text{C}$  в исследовании подлинности вещества.
11. Принципы обеспечения подлинности и правильности результатов в фармацевтическом анализе.
12. Применение ИК-спектроскопии в исследовании подлинности вещества.
13. Принципы применения масс-спектрометрии в фармацевтическом анализе.

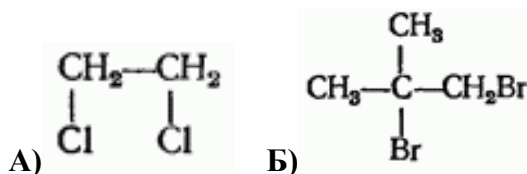
## 4. Контрольная работа Блок I

По дисциплине «Физико-химические методы анализа»

**по темам: титриметрические методы анализа, потенциометрия, спектрофотометрия, масс-спектрометрия, ЯМР-спектроскопия, ИК-спектроскопия**

### Вариант 1.

1. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 10, 90, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1М раствора HCl раствором NaOH 0,1М. Изобразите кривую титрования.
2. Признаком выполнения закона Бугера–Ламберта–Бера является:
  - а) рост оптической плотности с увеличением концентрации;
  - б) уменьшение оптической плотности с увеличением концентрации;
  - в) линейная зависимость оптической плотности от концентрации, берущая начало в нулевой точке начала координат;
  - г) экспоненциальная зависимость между оптической плотностью и концентрацией.
3. На масс-спектре обнаружены следующие пики:  
 $M^+$ : 124,  $M+1$ : 125,  $M+2$ : 126, с интенсивностями: 100; 8,6; 4,7% соответственно. Определите брутто формулу соединения.
4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1H$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений:

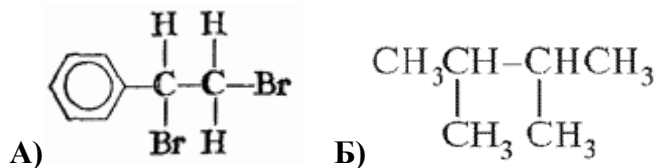


5. Химический сдвиг протонов молекулы зависит от их химического окружения - на его величину влияют следующие факторы:
  - а) локальный вклад электронного облака вокруг протонаэффекты соседних атомов и групп, которые могут изменять электронную плотность у протона.

### Вариант 2.

1. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 10, 90, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1М раствора NaOH раствором HCl 0,1М. Изобразите кривую титрования.
2. Причина, по которой не фотометрируют растворы бесцветных веществ:
  - а) они поглощают все длины волн видимого излучения;
  - б) для них характерны большие отклонения от закона Бугера - Ламберта - Бера;
  - в) они не поглощают в видимой части спектра;
  - г) для них неизвестен коэффициент экстинкции.
3. На масс-спектре обнаружены следующие пики:  
 $M^+$ : 84,  $M+1$ : 85,  $M+2$ : 86, с интенсивностями: 100; 5,2; 4,52% соответственно. Определите брутто формулу соединения.

4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1\text{H}$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений:



5. Мультиплетность сигнала:
- является результатом непрямого взаимодействия находящихся рядом протонов
  - несет информацию о том, сколько протонов этот сигнал образуют
  - мультиплетность сигнала равна числу эквивалентных протонов, взаимодействующих с протонами этого типа плюс единица

### Вариант 3.

1. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 10, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 100 мл 0,1М раствора  $\text{HCl}$  раствором  $\text{NaOH}$  0,1М.

Изобразите кривую титрования.

2. Молярный коэффициент экстинкции зависит от:

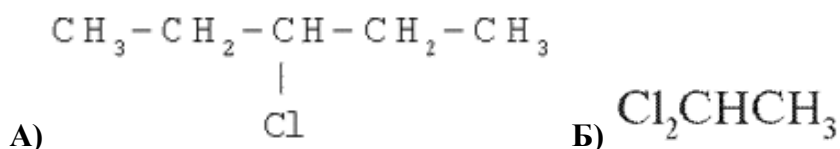
- природы поглощающего вещества, температуры и давления;
- природы поглощающего вещества, длины волны и температуры;
- длины волны, температуры и давления;
- температуры, давления и концентрации поглощающего веществ.

3. На масс-спектре обнаружены следующие пики:

$\text{M}^+$ : 88,  $\text{M}+1$ : 89,  $\text{M}+2$ : 90, с интенсивностями: 100; 3,42; 0,64% соответственно.

Определите брутто формулу соединения.

4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1\text{H}$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений:



5. Чем больше энергия расщепления уровней в магнитном поле  $\Delta E$ , тем:

- больше будет разность заселенностей этих уровней
- меньше количество поглощаемой энергии
- меньше будет разность заселенностей этих уровней
- больше количество поглощаемой энергии

### Вариант 4.

1. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 50, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1М раствора  $\text{HCl}$  раствором  $\text{NaOH}$  0,1М.

Изобразите кривую титрования.

2. Кювета сравнения должна быть заполнена:

- анализируемым раствором;
- водой;

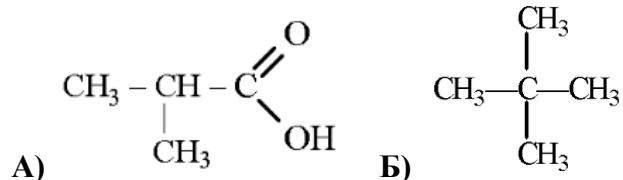


- в) органическим неокрашенным веществом;  
г) аналогичным раствором, как и рабочая, но без анализируемого вещества.

3. На масс-спектре обнаружены следующие пики:

$M^+$ : 112,  $M+1$ : 113,  $M+2$ : 114,  $M+3$ : 115, с интенсивностями: 100; 6,6; 32,7; 2,16% соответственно. Определите брутто формулу соединения.

4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1H$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений:



5. Для установления конечной точки титрования при потенциометрии применяют:  
а) Индикаторный электрод  
б) Раствор индикатора

## 5. Контрольная работа Блок II

### По дисциплине «Физико-химические методы анализа»

#### Тестовые вопросы по теме: термоанализ

1. Методом ТГА изучаются процессы:
  - a) Изменения теплоемкости;
  - b) Изменения температуры;
  - c) Изменения массы.
2. Методом дилатометрии регистрируется:
  - a) Изменения размеров;
  - b) Тепловые эффекты;
  - c) Объемы газов.
3. Экзотермические процессы происходят
  - a) С выделением тепла;
  - b) С поглощением тепла;
  - c) Без изменения теплоты.
4. Эндотермические процессы происходят:
  - a) С выделением тепла;
  - b) С поглощением тепла;
  - c) Без изменения теплоты.
5. При термоанализе с заданной скоростью процесса:
  - a) Изменяется поток газа;
  - b) Скорость измерения постоянна;
  - c) Происходит кристаллизации вещества.
6. При термомеханическом анализе регистрируется
  - a) Изменение массы;
  - b) Состав газовой фазы;
  - c) Деформация образца.
7. При термогравиметрии происходят:
  - a) Распад фазы, дегидратация, окисление;
  - b) Механические изменения, деформация;
  - c) Разложение, катализ и поверхностные реакции.
8. Понятие «дифференциальный» в термических методах предполагает:
  - a) Изменение разности каких-либо свойств исследуемого образца и вещества, свойства которого приняты за стандарт;
  - b) Параметры, меняющиеся от внешних условий;
  - c) Вычисления производятся по дифференциальным уравнениям.
9. Основные различия между методами ДТА и ДСК:
  - a) Применение тиглей из другого материала;
  - b) Измерение различных характеристик вещества;
  - c) Применение различных типов чувствительности датчиков.
10. Термические методы относятся к группе методов:
  - a) Результаты которых определяются только свойствами изучаемых соединений;
  - b) Результаты которых не зависят от условий проведения эксперимента;
  - c) На результаты которых влияют условия проведения эксперимента.
11. Основным рабочим органом прибора для термоанализа является:
  - a) Термовесы;
  - b) Термопара;
  - c) Масс-спектрометр.
12. Современная аппаратура позволяет варьировать скорость изменения температуры в диапазоне:
  - a) От 0 К/мин до 350 К/мин;
  - b) От 0 К/мин до 100 К/мин;
  - c) От 0 К/мин до 1000 К/мин.
13. ТГА представляет собой результат зависимости
  - a) Изменение массы от температуры;
  - b) Изменение объема от температуры;
  - c) Кривую фазовых переходов.
14. Методом температурных кривых (нагрева или охлаждения) измеряется:
  - a) Скорость изменения температуры вещества;
  - b) Температура вещества;

- c) Разность температур между исследуемым веществом и эталоном.
15. Методом дифференциального термического анализа измеряется:
- Скорость изменения температуры вещества;
  - Температура вещества;
  - Разность температур между исследуемым веществом и эталоном.
16. Методом производного термического анализа измеряется:
- Скорость изменения температуры вещества;
  - Температура вещества;
  - Разность температур между исследуемым веществом и эталоном.
17. Термомеханический анализ позволяет измерить:
- Линейные и объемные размеры;
  - Механические свойства твердого тела;
  - Скорость изменения массы вещества.
18. Метод термоволюметрии позволяет измерить:
- Объем выделяющегося газа;
  - Линейные и объемные размеры;
  - Химический состав выделяющегося газа.
19. Метод термобарометрии позволяет измерить:
- Объем выделяющегося газа;
  - Химический состав выделяющихся газов;
  - Давление в системе, создаваемое выдающимися газами.
20. Исходной точкой развития принципа термического анализа принято считать:
- Работы Ле-Шателье, 1887 г.;
  - Работы Кабба и Хоулдворса, 1923 г.;
  - Работы Эйнштейна, 1940 г.
21. Инертный газ, в среде которого проводят измерение, позволяет:
- Взаимодействовать компонентам исследуемого вещества;
  - Создать условия теплопередачи, тождественные условиям, в которых находится исследуемое вещество;
  - Ускоряет скорость проведения эксперимента.
22. Сущность термогравиметрических испытаний в вакууме заключается в:
- Проведение испытания в вакууме;
  - Немедленном отведении газообразных побочных продуктов;
  - Разложении вещества.
23. Метод дифференциальной термогравиметрии был разработан:
- Брефор;
  - Дювал;
  - Де Кейзер.
24. Аппарат, в котором совмещены различные варианты термического метода анализа – ДТА, ТГ, ДТГ:
- Дилатометр;
  - Хромоанализатор;
  - Дериватограф.
25. ТГ-кривая при проведении термоанализа является:
- Производной от интегральной зависимости;
  - Интегральной кривой;
  - Производная кривая изменения массы.
26. Квазиизометрический режим работы дериватографа создается при помощи:
- Регулятора нагрева, подключенного к катушке термовесов;
  - Проведения эксперимента в вакууме;
  - Термопары.
27. Квазиизометрический режим обеспечивается:
- Быстрым повышением температуры пробы до начала измерения массы;
  - Постепенным нагреванием пробы исследуемого образца;
  - Ступенчатым нагревом пробы исследуемого образца.
28. Одним из методов достижения высоких температур проведения эксперимента является:
- Вакуум или бескислородная реакционная среда;
  - Быстрый нагрев образца;
  - Использование корундовых тиглей.
29. Индукционный нагрев для достижения высоких температур это:
- Плавка в «горячем тигле»;
  - Плавка в «холодном тигле»;
  - Плавка в «инертном тигле».
30. Что необходимо для стандартизации измерительных приборов?

- a) Метрологические измерения;
  - b) Эталонный образец;
  - c) Инертный образец.
31. Описание равновесных термодинамических процессов может быть выполнено с помощью:
- a) Цикла Карно;
  - b) Принципа Ле-Шателье;
  - c) Метода термодинамических потенциалов.
32. Энергия активации в термодинамических процессах это:
- a) Энергия, которую надо сообщить из вне для протекания реакции;
  - b) Энергия, необходимая для перемещения атомов из одного положения в другое, для разрушения связей и деформирования решетки.
  - c) Энергия, необходимая для разрыва химических связей.
33. Как называется график, отражающий результат термического анализа вещества?
- a) Термопара;
  - b) Термоанализ;
  - c) Термограмма.
34. Кривые нагревания для какого вещества были впервые зарегистрированы Ле-Шателье?
- a) Известняки и белая глина;
  - b) Вольфрам;
  - c) Корунд.
35. Если температуру печи равномерно повышать, то в отсутствие тепловыделения в образце измеряемая температура тигля будет всегда ... температуры печи, но ... температуры образца из-за ограниченности теплопередачи.
- a) Больше, но меньше;
  - b) Равно, но меньше;
  - c) Меньше; но больше.
36. В области высоких температур основным каналом передачи теплоты становится...
- a) Теплопередача;
  - b) Излучение;
  - c) Конвекция.
37. При ДТА, если правильно выбран эталон, то при его одновременном нагревании с образцом, разность температур между ними будет...
- a) Меньше нуля;
  - b) Больше нуля;
  - c) Близка к нулю.
38. Прямая горизонтальная линия и ее дополнительный отмеченной пунктирной линией участок является...
- a) Основной линией термограммы;
  - b) Основной(базовой) линией, которая бы получена при отсутствии в термического превращения;
  - c) Погрешность измерения.
39. Прототипом современного прибора для ДТА является:
- a) Дилатометр;
  - b) Спектрофотометр;
  - c) Пирометр.
  - d)
40. ДСК-кривые представляют собой:
- a) Зависимость температуры от времени;
  - b) Зависимость выделяющегося газа от времени;
  - c) Зависимость теплового потока от температуры (времени).
41. По площади пиков полученных ДСК-кривых можно:
- a) Количественно определить энтальпию процессов;
  - b) Определить температуру фазовых переходов;
  - c) Вычислить массу примесей в образце.
42. Одним из недостатков ДТА является:
- a) Возможность использовать навески до 50 г;
  - b) Быстрый теплообмен;
  - c) Значительное влияние конвекции на теплообмен.
43. Одним из преимуществ ДСК является:
- a) Термопара имеет контактную площадку;
  - b) Возможность использовать навески до 2 г;
  - c) Точечный контакт между термопарой и тиглем.
44. Чтобы приблизиться к равновесным условиям в ходе проведения эксперимента, образец следует нагревать
- a) Как можно быстрее;
  - b) Как можно медленнее;

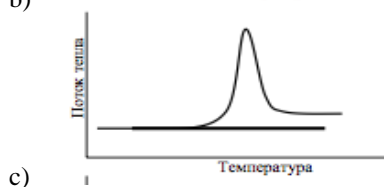
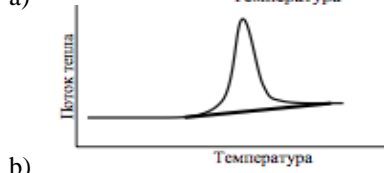
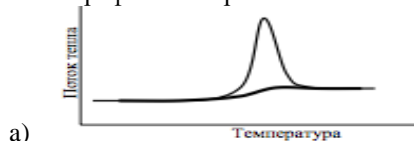
- c) Не влияет на результат.
45. ДСК-измерения потока тепла, связанного со структурными и фазовыми переходами, дают информацию:
- Выделяющихся газах;
  - Компонентах исследуемого соединения;
  - Определение последовательности стадий сложной реакции и теплоту химических газов.
46. Методика термогравиметрического анализа позволяет:
- Определять термическую стабильность материалов;
  - Определять удельную теплоемкость;
  - Определять чистоту материала.
47. Какие прилагаемые нагрузки используются в термомеханическом анализе?
- Сжатие, растяжение, изгиб;
  - Сжатие, прессование;
  - Сжатие, изгиб.
48. Рабочим органом для ТМА является:
- Терповесы;
  - Термопечь;
  - Кварцевая трубка.
49. Метод термосонометрии позволяет изучать:
- Температуры разложения исследуемых веществ;
  - Излучаемый веществом звук в зависимости от температуры;
  - Измерение модуля упругости (модуль Юнга).
50. На скорость процесса термоанализа влияют:
- Способ подвода тепла;
  - Способ подвода тепла и состояние окружающей среды;
  - Реакционная среда.
51. Что в приборе для термоанализа STA 449 C Jupiter (компания NETZSCH), дает надежную защиту высокоточным микровесам?
- Система открытия печи для замены образца с изолированным прободержателем;
  - Система подачи газа для проведение исследований;
  - Сменная печь.
52. Какое уравнение соответствует теплоте фазового превращения?

a)  $dH = TdS + VdP.$

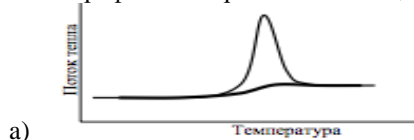
b)  $H = G - T \left( \frac{\partial G}{\partial T} \right)_P,$

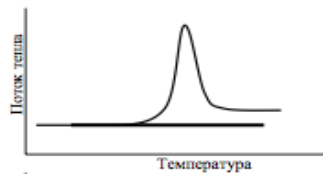
c)  $\Delta H_{\text{пл}} = \int_{t_1}^{t_2} \Delta \dot{Q} dt = f(T) \int_{t_1}^{t_2} \Delta T dt.$

53. На каком графике изображена линейная базовая линия?

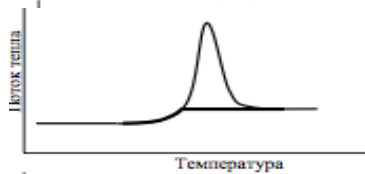


54. На каком графике изображена тангенциальная, пропорциональная площади, базовая линия?



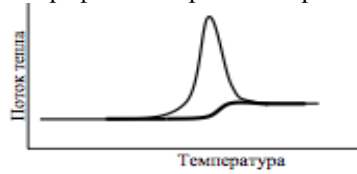


b)

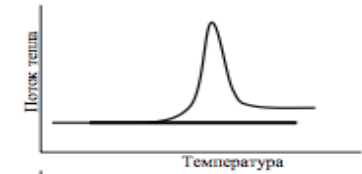


c)

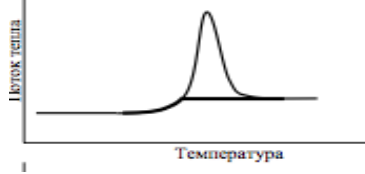
55. На каком графике изображена горизонтальная справа базовая линия?



a)

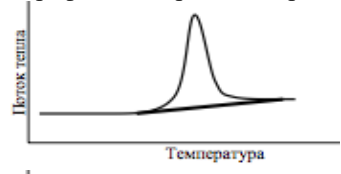


b)

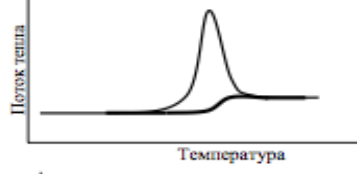


c)

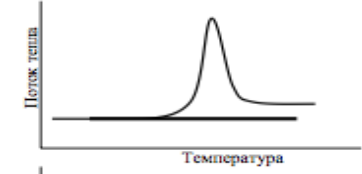
56. На каком графике изображена горизонтальная слева базовая линия?



a)

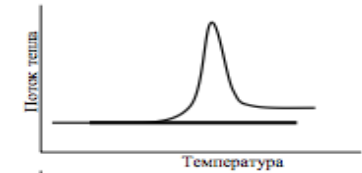


b)

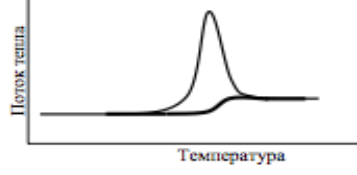


c)

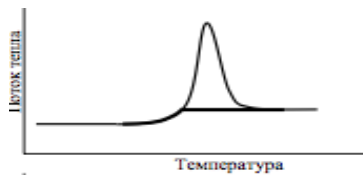
57. На каком графике изображена горизонтальная, пропорциональная площади, базовая линия?



a)

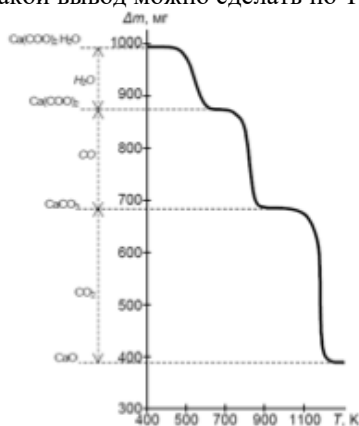


b)



с) 1

58. На чем основана температурная калибровка прибора?
- На оценке температуры плавления оксалата кальция;
  - На оценке температуры плавления стандартов из металлов высшей степени очистки;
  - На основе анализа термограммы вещества.
59. Какое уравнение лежит в определении чистоты вещества при ДСК?
- Уравнение Ле-Шателье;
  - Уравнение Гельмгольца;
  - Уравнение Вант-Гоффа.
60. Какая степень чистоты должна быть у образцов, соответствующих уравнению Вант-Гоффа, при ДСК?
- До 1 моль%;
  - До 5 моль%;
  - До 8 моль%.
61. Какой вывод можно сделать по ТГА-кривой оксалата кальция?



- Образец имеет 3 ступени потери массы;
  - Образец термостабилен;
  - В образце происходят 3 фазовых перехода.
62. Какие измерения должен включать в себя ДСК для определения удельной теплоемкости?
- Калибровка и исследуемый образец;
  - Базовая линия и исследуемый образец;
  - Базовая линия, калибровка, исследуемый образец.
63. Как следует провести ДСК-измерения для определения энергии активации?
- Один раз при заданной скорости;
  - Несколько раз с различными скоростями;
  - Несколько раз в разной реакционной среде.
64. В следствии чего при ДТА температура исследуемого образца и эталона начинают различаться?
- Изменения температуры в образце;
  - Изменения температуры в эталоне;
  - Заполнения камеры газом.
65. Каким методом исследования является ДТА?
- Качественным;
  - Количественным;
  - Химическим.
66. При ДТА конструкция с двойной измерительной ячейкой позволяет:
- Произойти реакции фазового перехода;
  - Скомпенсировать сторонние воздействия на результат измерения;
  - Пренебречь теплоемкостью контейнера.
67. Какое вещество желательно использовать в качестве образца сравнения при ДТА?
- Максимально близкое по физическим свойствам к исследуемому образцу, но инертное в интересующем диапазоне условий.
  - Не важно.
  - Максимально близкое по физическим свойствам к исследуемому образцу, реакционноспособное в интересующем диапазоне условий.
68. При ДТА линейная базовая линия подходит при следующих условиях:

- a) Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
  - b) Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
  - c) Когда теплоемкость препарата до и после превращения (пика) остаются практически неизменными и не зависят от температуры.
69. При ДТА горизонтальная, пропорциональная площади, базовая линия подходит при следующих условиях:
- a) Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
  - b) Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
  - c) Когда теплоемкость препарата до и после превращения (пика) остаются практически неизменными и не зависят от температуры.
70. При ДТА тангенциальная, пропорциональная площади, базовая линия подходит при следующих условиях:
- a) Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
  - b) Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
  - c) Когда теплоемкость препарата до и после превращения (пика) остаются практически неизменными и не зависят от температуры.
71. Чаще всего с помощью ДТА определяется:
- a) Вид изобарных сечение в области равновесий кристаллическая фаза – расплав;
  - b) Вид изотермических процессов в области равновесий кристаллическая фаза – расплав;
  - c) Вид изобарных сечение в области равновесий твердая фаза – расплав.
72. Современные приборы осуществляют ДТА:
- a) В низких температурных условиях;
  - b) В высоких температурных условиях;
  - c) От низких до высоких температур.
73. Какую по природе газовую атмосферу можно использовать при ДТА?
- a) Инертный газ;
  - b) Углекислый газ;
  - c) Статическую или поток различной скорости.
74. По какой причине нельзя полностью избежать «утечки тепла» при ДТА?
- a) Невозможно обеспечить вакуум в реакционной среде;
  - b) Невозможно сконструировать абсолютно симметричные измерительные ячейки;
  - c) Невозможно сконструировать абсолютно инертные измерительные ячейки.
75. «Тепловые утечки» при ДТА приводят к необходимости:
- a) Многократной калибровки прибора;
  - b) Использования корундовых тиглей;
  - c) Подведению системы охлаждения прибора.
76. Какая группа факторов может оказывать влияние на результаты ДСК измерений?
- a) Факторы, связанные с измерительным прибором;
  - b) Факторы, связанные с отводом тепла из реакционной среды;
  - c) Факторы, связанные с конструкцией измерительных ячеек.
77. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к измерительному прибору?
- a) Теплопроводность;
  - b) Теплоемкость;
  - c) Скорость нагрева.
78. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к измерительному прибору?
- a) Степень кристалличности;
  - b) Размер и форма печи;
  - c) Теплопроводность.
79. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к характеристикам образца?
- a) Геометрия держателя образца;
  - b) Плотность упаковки частиц образца;
  - c) Скорость нагрева.
80. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к характеристикам образца?
- a) Степень кристалличности;
  - b) Скорость нагрева;



- c) Размещение термопары относительно образца.
81. При каком нагревании степень разложения образца будет больше при ТГА?
- При быстром;
  - Не имеет значения;
  - При медленном.
82. Для чего используют инертный газ при ТГА?
- Для ускорения проведения анализа;
  - Для удаления газообразных продуктов разложения;
  - Для удаления газообразных продуктов разложения и предотвращения реакций.
83. Высокая чувствительность термовесов дает возможность...
- Исследовать образцы большего размера;
  - Производить нагревание с большей скоростью;
  - Использовать вольфрамовые тигли.
84. Масса образца может влиять на ход ТГ-кривой вследствие...
- Различий в скорости диффузии образующегося газа через пустоты между твердыми частицами;
  - Существования малых градиентов температуры внутри образца, особенно если теплопроводность высокая;
  - Различия теплопроводности у образца и используемого тигля.
85. Чем меньше размер частиц исследуемого образца, тем...
- Медленнее достигается равновесие и тем больше для любой заданной температуры степень разложения;
  - Быстрее достигается равновесие и тем больше для любой заданной температуры степень разложения;
  - Быстрее достигается равновесие и тем меньше для любой заданной температуры степень разложения.
86. Теплота реакции определяет величину разности...
- Температур среды и печи;
  - Температур держателя образца и печи;
  - Образца и печи.
87. Источником возможных ошибок в термогравиметрии можно считать:
- Конвекционные потоки и турбулентность в печи;
  - Выделяющиеся в ходе реакций газы;
  - Чувствительность весов.
88. Как изменяется плотность газовой фазы и, следовательно, выталкивающая сила, действующая на образец, с увеличением температуры?
- Увеличивается;
  - Уменьшается;
  - Остается неизменной.
89. Каким способом можно предотвратить ошибки на оси массы записывающего устройства?
- Использовать тигли из инертных металлов;
  - Использовать другую реакционную среду;
  - Калибровать термовесы перед началом эксперимента.
90. Как влияет собственная атмосфера образца на протекание процесса?
- Приводит к понижению начальной температуры разложения и к понижению интервала температур реакции;
  - Приводит к повышению начальной температуры разложения и к повышению интервала температур реакции;
  - Приводит к повышению начальной температуры разложения и к понижению интервала температур реакции.
91. Какой фактор, связанный с измерительным прибором, влияет на характер ТГ-кривых?
- Химический состав материала контейнера для образца;
  - Теплопроводность;
  - Теплота реакции.
92. Какой фактор, связанный с характеристиками образца, влияет на характер ТГ-кривых?
- Форма держателя образца;
  - Растворимость в образце выделяющихся из него газов;
  - Скорость нагревания прободержателя.
93. Какими преимуществами обладает термоанализатор с вертикальной печью для загрузки образца?
- Позволяет контролировать поток выделяющихся газов и анализировать их;
  - Позволяет контролировать конвекцию газов и увеличивает устойчивость прободержателя;
  - Позволяет снизить «утечки теплоты».
94. На что может повлиять форма используемого тигля?
- На скорость отведения теплоты;

- b) На теплопроводность образца;
  - c) На отток выделяющихся газов и поток газов через образец.
95. При калибровке термоанализатора температурный интервал может быть ..., чем в эксперименте.
- a) Больше;
  - b) Меньше;
  - c) Не имеет значения.
96. Какое преимущество определения кинетических параметров неизотермическими методами?
- a) Скорость проведения эксперимента;
  - b) Необходимо меньше данных для анализа;
  - c) Возможность установить механизм реакции.
97. Какую точность изменения массы образца должны регистрировать термовесы?
- a) Не менее  $\pm 0,01\%$  при точности регистрации температуры  $\pm 1\%$ ;
  - b) Не менее  $\pm 0,05\%$  при точности регистрации температуры  $\pm 1\%$ ;
  - c) Не менее  $\pm 0,01\%$  при точности регистрации температуры  $\pm 3\%$ .
98. Выберите один из способов калибровки по температуре:
- a) Использование материалов из ферромагнитов;
  - b) Использование инертных материалов;

## **6. Экзаменационные билеты**

### **По дисциплине «Физико-химические методы анализа»**

#### **Билет № 1**

1. Классификация методов анализа: Химические методы анализа, инструментальные методы анализа, биологические методы анализа
2. Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой областях. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема приборов. Пробоподготовка.

#### **Билет № 2**

1. Химические методы анализа
2. Спектроскопия в инфракрасной области. Применение данного вида спектроскопии. Характеристические полосы поглощения. Корреляционные таблицы Блок-схема прибора. Пробоподготовка.

#### **Билет № 3**

1. Вид аналитического сигнала - интегральный, дифференциальный, соотношение -сигнал - шум, цифровая, аналоговая форма записи сигнала, способы использования компьютеров в инструментальных методах анализа
2. Инструментальные методы анализа

#### **Билет № 4**

1. Спектральные методы анализа. Характер взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, обзор различных видов спектрального анализа
2. Хроматография. Основы метода. Классификация хроматографических методов анализа.

#### **Билет № 5**

1. Применение спектроскопии ЯМР. Особенности спектроскопии на ядрах углерода  $^{13}\text{C}$
2. Блок - схема приборов, пробоподготовка

#### **Билет № 6**

1. Газовая хроматография. Основы метода. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
2. Спектроскопия ЯМР. Основы метода. Химический сдвиг, константы спин-спинового взаимодействия, интегральная интенсивность сигнала.

#### **Билет № 7**

1. Основы ионообменной хроматографии, эксклюзионной хроматографии, афинной хроматографии.
2. Применение данных видов хроматографии

#### **Билет № 8**

1. Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема прибора, Пробоподготовка
2. Жидкостная хроматография. Основа метода. Классификация методов жидкостной хроматографии.

#### **Билет № 9**

1. Жидкостная хроматография. Основа метода. Классификация методов жидкостной хроматографии.
2. Блок-схема прибора. Пробоподготовка

#### **Билет № 10**

1. Биологические методы анализа

2. Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой областях. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема приборов. Пробоподготовка.

#### **Билет № 11**

1. Спектроскопия в инфракрасной области. Применение данного вида спектроскопии. Характеристические полосы поглощения. Корреляционные таблицы Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
2. Вид аналитического сигнала - интегральный, дифференциальный, соотношение -сигнал - шум, цифровая, аналоговая форма записи сигнала, способы использования компьютеров в инструментальных методах анализа.

#### **Билет № 12**

1. Хроматография. Основы метода. Классификация хроматографических методов анализа.
2. Классификация методов анализа: Химические методы анализа, инструментальные методы анализа, биологические методы анализа.

#### **Билет № 13**

1. Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема прибора, Пробоподготовка.
2. Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм.

#### **Билет № 14**

1. Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм.
2. Применение методов. Блок- схема приборов. Пробоподготовка.

#### **Билет № 15**

1. Газовая хроматография. Основы метода. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
2. Применение спектроскопии ЯМР. Особенности спектроскопии на ядрах углерода  $^{13}\text{C}$ .

#### **Билет № 16**

1. Спектральные методы анализа. Характер взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, обзор различных видов спектрального анализа.
2. Основы ионообменной хроматографии, эксклюзионной хроматографии, афинной хроматографии. Применение данных видов хроматографии.

#### **Билет № 17**

1. Классификация методов анализа
2. Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм.

#### **Билет № 18**

1. Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема прибора, Пробоподготовка.
2. Жидкостная хроматография. Основа метода. Классификация методов жидкостной хроматографии.

#### **Билет № 19**

1. Спектральные методы анализа. Характер взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, обзор различных видов спектрального анализа.
2. Газовая хроматография. Основы метода. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.

#### **Билет № 20**

1. Спектроскопия в инфракрасной области. Применение данного вида спектроскопии. Характеристические полосы поглощения. Корреляционные таблицы Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
2. Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм.

#### **Билет № 21**

1. Хроматография. Основы метода. Классификация хроматографических методов анализа.
2. Основы ионообменной хроматографии, эксклюзионной хроматографии, афинной хроматографии. Применение данных видов хроматографии.

#### **Билет № 22**

1. Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой областях.
2. Применение данного вида спектроскопии. Блок-схема приборов. Пробоподготовка.

#### **Билет № 23**

1. Спектроскопия ЯМР. Основы метода. Химический сдвиг, константы спин-спинового взаимодействия, интегральная интенсивность сигнала.
2. Основы ионообменной хроматографии. Применение данного вида хроматографии.

#### **Билет № 24**

1. Классификация методов анализа: Химические методы анализа, инструментальные методы анализа, биологические методы анализа.
2. Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии.

#### **Билет № 25**

1. Хроматография. Основы метода. Классификация хроматографических методов анализа.
2. Вид аналитического сигнала - интегральный, дифференциальный, соотношение -сигнал - шум, цифровая, аналоговая форма записи сигнала, способы использования компьютеров в инструментальных методах анализа.

#### **Разработчики:**

Ассистент ИБХТН

В.Ю. Жилкина

Ассистент ИБХТН

А.М. Стойнова

**ФГАОУ ВО «Российский университет дружбы народов»  
Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)**

**САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ УЧЕБНАЯ  
РАБОТА СТУДЕНТА  
ПО УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЕ**

Физико-химические методы анализа

(наименование дисциплины)

04.04.01 Химия

(код и наименование направления подготовки)

«Биохимические технологии и нанотехнологии»

(наименование профиля подготовки)

Магистр

Квалификация (степень) выпускника

## Содержание.

Глава 1. Титриметрические методы анализа.

Глава 2. Фотометрические методы анализа

Глава 3. ЯМР спектроскопия.

### ГЛАВА 1. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1. Титриметрический метод анализа -

---

---

---

---

2. Момент титрования, когда количество добавленного титранта химически эквивалентно количеству \_\_\_\_\_ титруемого \_\_\_\_\_ вещества, называется \_\_\_\_\_

3. Экспериментально момент эквивалентности установить в общем случае невозможно, может быть зафиксирован лишь момент завершения химической реакции – \_\_\_\_\_; его устанавливают визуально или инструментально, с индикатором или без него (например, по собственной окраске титранта).

4. Заполните таблицу

В зависимости от вида используемой реакции различают несколько методов титриметрического анализа:

Метод титриметрического анализа	Вид реакции

5. Заполните таблицу

Способ титрования	Описание процесса
Прямое	
Обратное	
Заместительное	

6. Константа ионизации -

---

---

7. Согласно теории Бренстеда-Лоури, кислотой является вещество, способное \_\_\_\_\_, а основанием – вещество, способное \_\_\_\_\_.

8. Напишите уравнение диссоциации хлороводородной кислоты и выражение константы ионизации:

9. Чему равна константа ионизации (автопротолиза) воды:

10. В какой области рН (кислой, нейтральной или щелочной) лежит конечная точка титрования при титровании раствора:

- а) сильной кислоты сильным основанием;
- б) слабой кислоты сильным основанием;
- в) слабого основания сильной кислотой?

11. Какие соединения называют кислотно-основными индикаторами? Приведите примеры кислотно-основных индикаторов.

---

---

---

12. Что называют интервалом перехода окраски индикатора? Как связаны константа кислотности и интервал перехода окраски индикатора?

---

---

---

13. При использовании индикатора, у которого обе формы окрашены, один цвет отличается от другого, когда соотношения их концентраций \_\_\_\_\_, следовательно, мы видим цвет той формы, \_\_\_\_\_.

14. Потенциометрия –

---



---

---

15. Для любого рода электрохимических измерений необходима \_\_\_\_\_, составной частью которой является анализируемый раствор.

16. Потенциометрический метод основан на измерении \_\_\_\_\_ индикаторного электрода и электрода сравнения.

17. Электрод -

---

---

18. Стандартный электродный потенциал -

---

---

19. Потенциал электрода зависит от

---

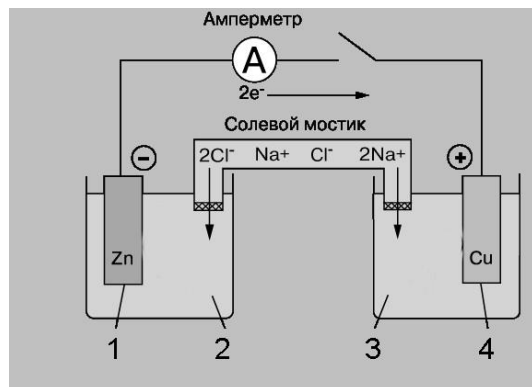
---

20. По потенциалу \_\_\_\_\_ судят о концентрации определяемых ионов в растворе.

21. Напишите уравнение Гендерсона – Хессельбаха для индикатора, являющегося слабым основанием, и рассчитайте ширину диапазона рН, соответствующего изменению окраски индикатора.

22. Укажите:

Катод –  
 Анод –  
 Электролит 1 –  
 Электролит 2 –



Напишите уравнения реакций, идущих на катоде и на аноде:

23. Рассчитайте значение рН после добавления 0, 10, 25, 30 мл раствора титранта (0,2 М HCl) к 50 мл 0,1 М NaOH.

24. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0,10, 90, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1М раствора NaOH раствором HCl 0,1М.

25. Изобразите кривую титрования двухосновной кислоты  $H_2A$  гидроксидом натрия.

## ГЛАВА 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1. Спектрофотометрия - \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
2. Связь между количеством поглощенного света и концентрацией поглощающих частиц выражается законом \_\_\_\_\_
3. Оптическая плотность выражается формулой:  
а)  $A = \frac{I_0}{I_{\text{погл.}}}$ ;                      б)  $A = \frac{I_{\text{погл.}}}{I_0}$ ;  
в)  $A = \lg \frac{I_0}{I_{\text{погл.}}}$ ;                      г)  $A = \lg \frac{I_{\text{погл.}}}{I_0}$ .
4. Признаком выполнения закона Бугера–Ламберта–Бера является:  
а) рост оптической плотности с увеличением концентрации;  
б) уменьшение оптической плотности с увеличением концентрации;  
в) линейная зависимость оптической плотности от концентрации, берущая начало в нулевой точку начала координат;  
г) экспоненциальная зависимость между оптической плотностью и концентрацией.
5. Для вещества голубого цвета следует поставить светофильтр  
а) фиолетовый;                      б) зеленый;  
в) желтый;                              в) красный.
6. Чем объясняется необходимость использования кюветы сравнения?  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
7. Если белый свет, падая на какое-либо вещество, полностью им рассеиваются, то такое вещество кажется нашему глазу \_\_\_\_\_. Если все падающие на тело лучи белого цвета им поглощаются, то тело кажется нам \_\_\_\_\_. Тела, поглощающие одни из падающих лучей и рассеивающие другие, кажутся нашему глазу \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
8. Поглощение веществом электромагнитного излучения определенной длины веществом определяется:  
а) распределением валентных электронов по энергии;  
б) интенсивностью электромагнитного излучения;  
в) спектральным составом белого цвета;  
г) независимостью экстинкции от концентрации вещества.

9. В каких случаях возможно отклонение от закона Бугера–Ламберта–Бера:

- а) слишком большое разбавление вещества растворителем;
- б) ионизация, ассоциация,
- в) комплексообразование, возникающие при повышенных концентрациях вещества;
- г) неправильный подбор светофильтра.

10. Молярный коэффициент экстинкции зависит от \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

11. Чем объясняется необходимость использования кюветы сравнения?

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

12. Окрашенные вещества поглощают излучение в \_\_\_\_\_ части спектра.

13. Какова природа возникновения цвета вещества?

14. Задача: Навеска п-нитроанилина массой 0,0325 г ( $M=118,13$  г/моль) растворена в калиброванной мерной колбе вместимостью 50 мл. Из этого раствора отобрана аликвота 1 мл и разбавлена метиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 100 мл. Оптическая плотность полученного раствора при длине 368 нм равна  $A=0,804$ . Длина кюветы 1 см. Рассчитайте значение молярного коэффициента поглощения и удельный показатель поглощения.

### ГЛАВА 3. ЯМР СПЕКТРОСКОПИЯ

1. Ядерный магнитный резонанс -

---

---

---

---

2. Число групп сигналов говорит о том, \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_. Химически эквивалентные протоны (с одинаковым окружением) поглощают \_\_\_\_\_.

---

3. Химическим сдвигом называют \_\_\_\_\_

---

4. Электроноакцепторные атомы и группы атомов вблизи поглощающего протона (через одну-две химические связи) сдвигают поглощение:

- а) в область слабого поля
- б) в область сильного поля
- в) в область большего химического сдвига
- г) в область меньшего химического сдвига

5. Релаксация - \_\_\_\_\_

---

6. Чем больше энергия расщепления уровней в магнитном поле  $\Delta E$ , тем

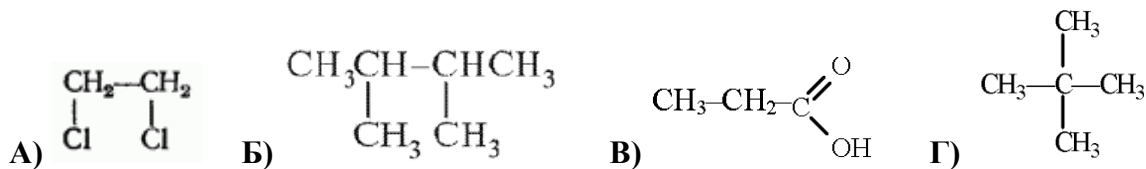
- а) больше будет разность заселенностей этих уровней
- б) меньше количество поглощаемой энергии
- в) меньше будет разность заселенностей этих уровней
- г) больше количество поглощаемой энергии

7. Для каких целей применяют ЯМР в органической химии:

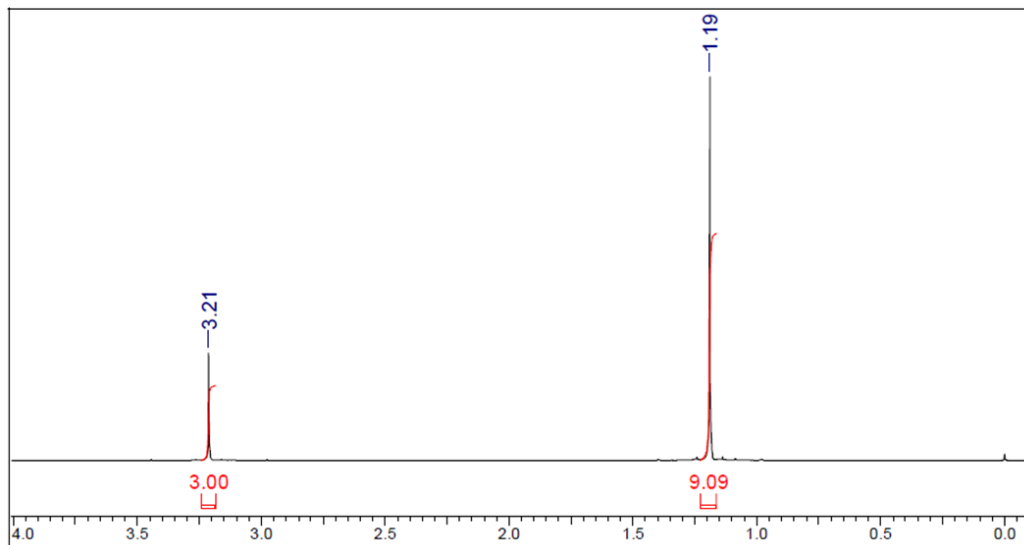
- а) Доказательство строения органических соединений
- б) Изотопный анализ
- в) Конформационные исследования
- г) Установление строения органических соединений
- д) Элементный анализ

8. В чем суть спин-спинового взаимодействия в ЯМР спектре. Системы AX и AB:

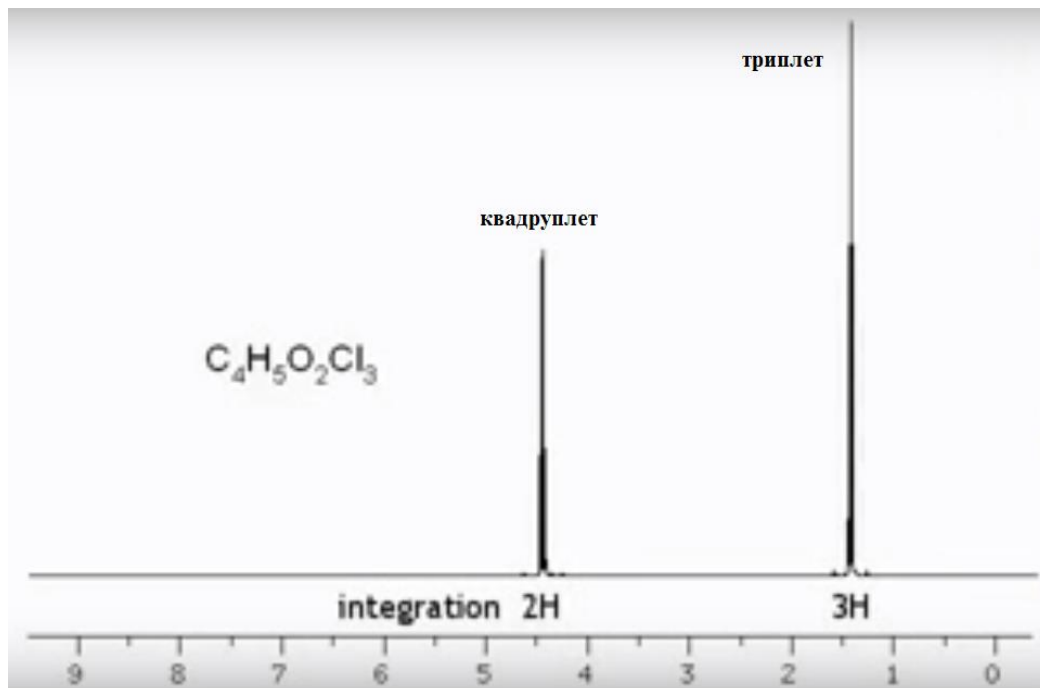
9. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1\text{H}$ , укажите сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений:



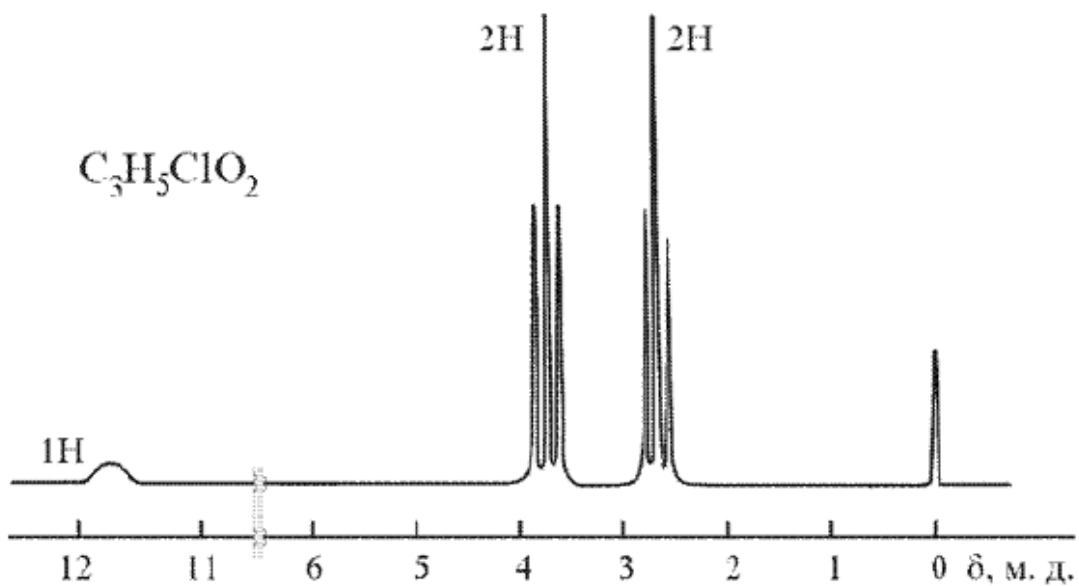
10. Установите структуру соединения. Интенсивность пиков соотносится как 3:9. Интенсивность каждого сигнала пропорциональна числу протонов каждого пика.



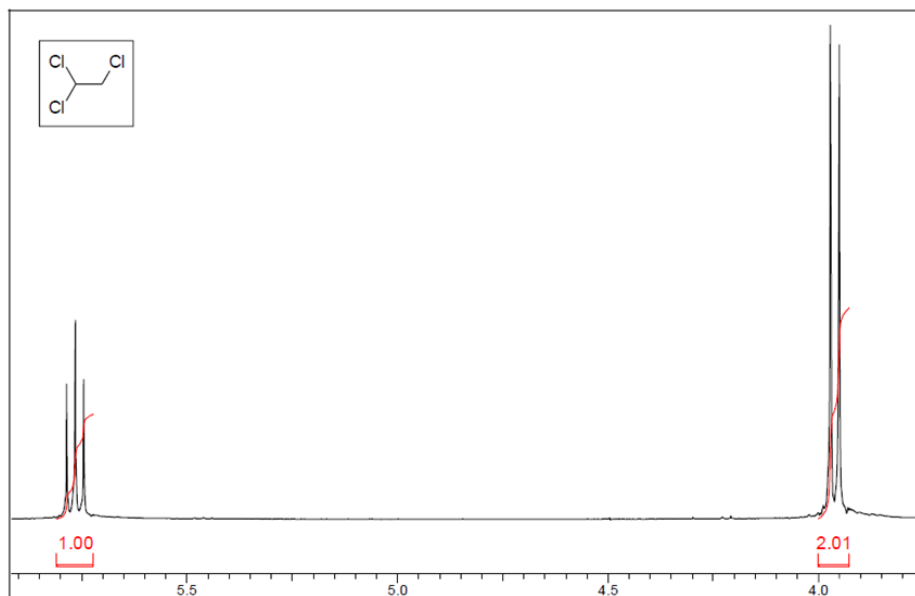
11. Идентифицируйте соединение:



12. Установите структурную формулу соединения:



13. Укажите, каким функциональным группам соответствует каждый сигнал спектра, сколько эквивалентов водорода в каждой области спектра:



**Разработчик:**

Ассистент ИБХТ В.Ю. Жилкина

Ассистент ИБХТН А.М. Стойнова