

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Ястребов Олег Александрович  
Должность: Член  
Дата подписания: 26.05.2023 12:48:39  
Уникальный программный ключ:  
ca953a0120d891083f939673078ef1a989dae18a

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования**

**«Российский университет дружбы народов имени Патриса Лумумбы»**

**Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)**

(наименование основного учебного подразделения (ОУП)-разработчика ОП ВО)

## **РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ**

**«Физико-химические методы анализа»**

(наименование дисциплины/модуля)

**Рекомендована МСЧН для направления подготовки/специальности:**

**28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»**

(код и наименование направления подготовки/специальности)

**Освоение дисциплины ведется в рамках реализации основной профессиональной образовательной программы высшего образования (ОП ВО):**

**«Инновационные технологии и нанотехнологии в медицине, фармацевтике и биотехнологии»**

(наименование (профиль/специализация) ОП ВО)

**2023 г.**

## 1. ЦЕЛЬ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Целью освоения дисциплины «Физико-химические методы анализа» является системное изучение современных методов физико-химического анализа веществ и их применения для решения конкретных практических задач, а также установление соответствия анализируемых соединений требованиям нормативных документов и заявленному составу.

## 2. ТРЕБОВАНИЯ К РЕЗУЛЬТАТАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Освоение дисциплины «Физико-химические методы анализа» направлено на формирование у обучающихся следующих компетенций (части компетенций):

Таблица 2.1. Перечень компетенций, формируемых у обучающихся при освоении дисциплины (результаты освоения дисциплины)

Шифр	Компетенция	Индикаторы достижения компетенции (в рамках данной дисциплины)
ПК-1	Способен определить физико-химические свойства наноматериалов, их идентифицировать и дать оценку степени их потенциальной опасности согласно используемым в организации методикам.	ПК-1.1. Знает физико-химические методы анализа, основы квантовой механики и физической химии.

## 3. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОП ВО

Дисциплина «Физико-химические методы анализа» относится к профессиональному циклу и является обязательной дисциплиной вариативной части профиля.

В рамках ОП ВО обучающиеся также осваивают другие дисциплины и/или практики, способствующие достижению запланированных результатов освоения дисциплины «Физико-химические методы анализа».

Таблица 3.1. Перечень компонентов ОП ВО, способствующих достижению запланированных результатов освоения дисциплины

Шифр	Наименование компетенции	Предшествующие дисциплины/модули, практики*	Последующие дисциплины/модули, практики*
ПК-1	Способен определить физико-химические свойства наноматериалов, их идентифицировать и дать оценку степени их потенциальной опасности согласно используемым в	Основы квантовой механики и физической химии Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов	Применение полимеров в биомедицинской технологии и нанотехнологии; Основы фитохимии и технологии фитопрепаратов, Химия биоорганических соединений,

Шифр	Наименование компетенции	Предшествующие дисциплины/модули, практики*	Последующие дисциплины/модули, практики*
	организации методикам.		

\* - заполняется в соответствии с матрицей компетенций и СУП ОП ВО

#### 4. ОБЪЕМ ДИСЦИПЛИНЫ И ВИДЫ УЧЕБНОЙ РАБОТЫ

Общая трудоемкость дисциплины «Физико-химические методы анализа» составляет 4 зачетных единиц.

Таблица 4.1. Виды учебной работы по периодам освоения ОП ВО для **ОЧНОЙ** формы обучения

Вид учебной работы	ВСЕГО, ак.ч.	Семестр(-ы)			
		1	2	3	4
Контактная работа, ак.ч.	36		36		
в том числе:					
Лекции (ЛК)	18		18		
Лабораторные работы (ЛР)					
Практические/семинарские занятия (СЗ)	18		18		
Самостоятельная работа обучающихся, ак.ч.	90		104		
Контроль (экзамен/зачет с оценкой), ак.ч.	18		27		
Общая трудоемкость дисциплины	ак.ч.	144	144		
	зач.ед.	4	4		

#### 5. СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Таблица 5.1. Содержание дисциплины (модуля) по видам учебной работы

Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела (темы)	Вид учебной работы*
Раздел 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	Тема 1.1. 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.	ЛК

Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела (темы)	Вид учебной работы*
химического анализа вне лабораторий.	Гетерогенные равновесия. Протолитические равновесия в водных растворах. Равновесия реакций комплексообразования.	
Раздел 2 Методы количественного химического анализа. Принцип гравиметрического анализа. Основы титриметрического анализа. Расчеты в количественном анализе. Метрологическая оценка результатов количественного химического анализа.	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.	ЛК
Раздел 3. Введение в физико-химические методы анализа	Введение в физико-химические методы анализа. Классификация. Аналитический сигнал. Предел обнаружения.	ЛК, ПР
Раздел 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.	ЛК, ПР
Раздел 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.	ЛК, ПР
Раздел 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.	ЛК

Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела (темы)	Вид учебной работы*
	Потенциометрическое титрование. Вольтамперометрия. Классическая полярография. Способы улучшения соотношения емкостный ток - фарадеевский ток. Современные разновидности полярографии. Инверсионная вольтамперометрия. Амперометрия. Кулонометрия. Электрогравиметрия.	
Раздел 7. Хроматографические методы. Классификация. Теория хроматографического разделения. Газовая, газожидкостная, 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.	ЛК
Раздел 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.	ЛК, ПР

\* - заполняется только по **ОЧНОЙ** форме обучения: ЛК – лекции; ЛР – лабораторные работы; СЗ – семинарские занятия.

## 6. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

*Таблица 6.1. Материально-техническое обеспечение дисциплины*

Тип аудитории	Оснащение аудитории	Специализированное учебное/лабораторное оборудование, ПО и материалы для освоения дисциплины (при необходимости)
Лекционная	Аудитория № 636 для проведения занятий лекционного типа, оснащенная комплектом специализированной мебели; доской (экраном) и техническими средствами мультимедиа презентаций.	Комплект специализированной мебели; технические средства: Мультимедийный проектор Everycom Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1шт Обеспечен выход в интернет. Комплект презентаций. Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials
Семинарская	Аудитория № 636 для проведения занятий семинарского типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации, оснащенная комплектом специализированной мебели и техническими средствами мультимедиа презентаций.	Комплект специализированной мебели; технические средства: Мультимедийный проектор Everycom Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1шт Обеспечен выход в интернет. Комплект презентаций. Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials
Практические занятия	Учебная лаборатория для проведения лабораторных занятий, лаб. П-13.	Оснащенность: комплект специализированной мебели; роторный испаритель RV8 IKA Werke GmbH. RV 8; pH-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

Тип аудитории	Оснащение аудитории	Специализированное учебное/лабораторное оборудование, ПО и материалы для освоения дисциплины (при необходимости)
		«Brookfield Engineering Laboratories, Inc»); ультразвуковой генератор И100-840; прибор экологического контроля «Биотокс-10М»; бидистиллятор стеклянный БС; весы аналитические РА64С «ОНАУС».
Практические занятия	Аудитория П-8 для проведения практических занятий, индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации, оснащенная комплектом специализированной мебели и оборудованием.	<u>Оснащение аудитории П8:</u> Комплект специализированной мебели; технические средства: Прибор для количественного определения наночастиц Nanophox PSS; Спектрофотометр Lambda 950. вкл. Программное обеспечение для оборудования.
Аудитория для самостоятельной работы	Аудитория № 636 для самостоятельной работы обучающихся, оснащенная комплектом специализированной мебели и компьютером с доступом в ЭИОС.	Комплект специализированной мебели; технические средства: Мультимедийный проектор Everycom Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1шт Обеспечен выход в интернет. Комплект презентаций. Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials

## 7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

*Основная литература:*

1. Физико-химические методы анализа //А.И. Марахова, В.Ю. Жилкина, В.В. Копылов, Кезимана Парфэ, Я.М. Станишевский, И.Е. Станишевская; под ред. А.И. Мараховой. Москва, РУДН, 2019. 281 с.

2. Марахова А.И., А.А. Сорокина, В.Ю. Жилкина. Физико-химические методы в анализе лекарственного растительного сырья и препаратов на растительной основе М.: Типография «Ваш формат», 2017. 308с.

*Дополнительная литература:*

1. 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.
2. Лабораторный практикум по изучению методов термического анализа (ТГ, ДТА, ДСК): у.-метод. пособие / А.М. Стойнова, Я.М. Станишевский // М.: РУДН, 2016. – 43 с.
3. Государственная Фармакопея Российской Федерации Изд. XIV. Ч.1 Методы анализа ЛС- 2018. Государственная Фармакопея Российской Федерации Изд. XIV. - 2018. <https://femb.ru/record/pharmacopea14>
4. Потенциометрия в анализе лекарственного растительного сырья и препаратов на его основе: монография / А.И. Марахова [и др.] – М.: РУДН, 2015. – 132 с. [http://lib.rudn.ru/MegaPro2/UserEntry?Action=Rudn\\_FindDoc&id=443518&idb=0](http://lib.rudn.ru/MegaPro2/UserEntry?Action=Rudn_FindDoc&id=443518&idb=0)
5. Фотометрические методы в анализе лекарственного растительного сырья: монография / А.И. Марахова [и др.] – М.: РУДН, 2015. – 132 с. [http://lib.rudn.ru/MegaPro2/UserEntry?Action=Rudn\\_FindDoc&id=444633&idb=0](http://lib.rudn.ru/MegaPro2/UserEntry?Action=Rudn_FindDoc&id=444633&idb=0)
6. Комментарии к Руководству Европейского союза по надлежащей практике производства лекарственных средств для человека и применения в ветеринарии. Под редакцией Быковского С.Н., Василенко И.А., Максимова С.В. - М.: Изд-во «Перо», 2014. – 488 с.
7. 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.

*Ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»:*

1. ЭБС РУДН и сторонние ЭБС, к которым студенты университета имеют доступ на основании заключенных договоров:
  - Электронно-библиотечная система РУДН – ЭБС РУДН <http://lib.rudn.ru/MegaPro/Web>
  - ЭБС «Университетская библиотека онлайн» <http://www.biblioclub.ru>
  - ЭБС Юрайт <http://www.biblio-online.ru>
  - ЭБС «Консультант студента» [www.studentlibrary.ru](http://www.studentlibrary.ru)
  - ЭБС «Лань» <http://e.lanbook.com/>
  - ЭБС «Троицкий мост»
2. Базы данных и поисковые системы:
  - электронный фонд правовой и нормативно-технической документации <http://docs.cntd.ru/>
  - поисковая система Яндекс <https://www.yandex.ru/>
  - поисковая система Google <https://www.google.ru/>



-реферативная база данных SCOPUS  
<http://www.elsevierscience.ru/products/scopus/>  
- Федеральный институт промышленной собственности (ФИПС)  
<https://new.fips.ru>

*Учебно-методические материалы для самостоятельной работы обучающихся при освоении дисциплины/модуля\*:*

\* - все учебно-методические материалы для самостоятельной работы обучающихся размещаются в соответствии с действующим порядком на странице дисциплины **в ТУИС!**

При проведении занятий и организации самостоятельной работы студентов используются традиционные технологии сообщающего обучения, предполагающие передачу информации в готовом виде, формирование учебных умений по образцу.

В рамках практических занятий реализуется взаимообучение слушателей курса - интерактивное обучение, в форме взаимоконтроля самостоятельной работы, совместного решения ситуационных задач, совместной разработка схем сложных процессов, обсуждения проблемных вопросов.

Самостоятельная работа студентов включает изучение основной и дополнительной литературы по данной дисциплине, подготовка выступлений на семинарах, подготовка творческих работ по вопросам иммунобиологических препаратов, их оформление в виде презентаций, а также подготовка и защита доклада по одной из предлагаемых тем.

#### МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО НАПИСАНИЮ РЕФЕРАТОВ

Реферат по дисциплине «Физико-химические методы анализа» является результатом индивидуальной работы студентов и отражает способности исполнителей к самостоятельной работе с литературой и навыки анализа конкретной проблемы. Для написания реферата рекомендуется использовать учебную, научную и специальную научно-практическую литературу. Оформление рефератов согласно Правилам подготовки и оформления выпускной квалификационной работы выпускника Российского университета дружбы народов (Приказ № 878 от 30.11.2016 г.).

Структура реферата. Работа состоит из следующих частей: Введение, Основные разделы (главы, параграфы), Заключение, Список использованной литературы, Приложение.

Во введении характеризуется актуальность проблемы, цель и задачи работы, дается краткая характеристика используемых материалов.

Основные разделы работы содержат как теоретический, так и аналитический материал.

Для написания теоретической части реферата необходимо изучить литературу по данной теме (нормативные документы, учебно-методические материалы, монографии, статьи в периодических изданиях и т.д.). Теоретический раздел должен показать, что студент знаком с публикациями по рассматриваемой проблеме. Важно выразить собственное мнение в отношении позиций того или иного автора или содержания используемого документа. При использовании прямого цитирования обязательно делать ссылки на источник с указанием страниц.

Аналитический раздел основывается на фактическом материале. Для написания этого раздела могут быть использованы различные источники

информации: статистические данные, нормативно-правовые акты, результаты специальных обследований, материалы научно-практических семинаров, конференций и др.

Работа будет более интересной, если фактический материал рассматривается в динамике. Для наглядности и удобства анализа цифровые данные могут быть сведены в таблицы. Если цифровой материал занимает большой объем, его следует поместить в приложении.

Заключительная часть реферата должна содержать выводы и предложения по каждому разделу и по работе в целом. Они должны логически вытекать из ранее написанного материала. После заключения в работе помещается список использованной литературы. Общий объем реферата: 15-25 страниц машинописного текста формата А-4.

## **8. ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И БАЛЛЬНО-РЕЙТИНГОВАЯ СИСТЕМА ОЦЕНИВАНИЯ УРОВНЯ СФОРМИРОВАННОСТИ КОМПЕТЕНЦИЙ ПО ДИСЦИПЛИНЕ**

Оценочные материалы и балльно-рейтинговая система оценивания уровня сформированности компетенций (части компетенций) по итогам освоения дисциплины «Физико-химические методы анализа» представлены в Приложении к настоящей Рабочей программе дисциплины.

### **РАЗРАБОТЧИКИ:**

профессор ИБХТН, д.х.н. И.А. Василенко,  
доцент ИБХТН, к.фарм.н., В.Ю. Жилкина,  
ассистент ИБХТН А.М. Стойнова

### **РУКОВОДИТЕЛЬ ОУП:**

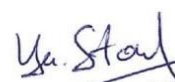
Директор ИБХТН, профессор д.х.н.



Я.М. Станишевский

### **РУКОВОДИТЕЛЬ ОП ВО:**

Директор ИБХТН, профессор 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)

28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника  
(код и наименование направления подготовки)

«Инновационные технологии и нанотехнологии в медицине, фармацевтике и  
биотехнологии»  
(наименование профиля подготовки)

Магистр  
Квалификация (степень) выпускника

Направление 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

Профиль «Инновационные технологии и нанотехнологии в медицине, фармацевтике и биотехнологии»

Дисциплина «Физико-химические методы анализа»

Код контролируемой компетенции	Контролируемый раздел дисциплины	ФОСы (формы контроля уровня освоения ООП)			
		Аудиторная работа		Самостоятельная работа	Зачет
		ЛР	КР	Реферат	
ПК-1	Титриметрические методы анализа для количественного определения веществ.	5	10	20	30
	Потенциометрия в количественном определении кислот.	5			
	Количественное определение веществ спектрофотометрическим методом.	5			
	Практическое применение метода ЯМР в анализе различных соединений				
	Применение масс-спектропии в анализе органических соединений				
	Хроматографические методы фармацевтического анализа				
	Термогравиметрический анализ оксалата кальция.	5	10		
	Проведение ДТА/ТГА анализа.	5			
	Проведение ДСК парацетамола.	5			
	Применение методов ИК-спектроскопии в определении подлинности лекарственных препаратов				
	Атомно-абсорбционная спектроскопия в фармацевтическом анализе				
	Капиллярный электрофорез и его применение в фармацевтическом анализе				
	<b>Итого:</b>				

ЛР - лабораторные работы, КР – контрольные работы.

## **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?

## **ПРИМЕР БИЛЕТА ДЛЯ ЗАЩИТЫ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ**

дисциплины «Физико-химические методы анализа»

### ***Лабораторная работа №1***

**Время:** 1 час

Группа                      Ф.И.О. студента

#### **Вариант № 1**

1. В чем суть титриметрического метода анализа?
2. Какие виды титрования применяются в фармацевтическом анализе? Приведите примеры.
3. Что такое индикаторы?
4. От чего зависит выбор растворителя для титрования?
5. Объясните, с помощью чего детектируют конечную точку титрования.

**Критерии оценки ответов на вопросы для защиты лабораторных работ:  
 Ответ на каждый вопрос оценивается от 0 до 1 баллов:**

Критерии оценки ответа	Баллы		
	не соответствует критерию	частично соответствует критерию	полностью соответствует критерию
Ответ является верным	0	0,1	0,2
Обучающийся дает ответ без наводящих вопросов экзаменатора	0	0,1	0,2
Обучающийся не пользуется лабораторным журналом	0	0,1	0,2
Ответ показывает уверенное владение обучающего терминологическим и методологическим аппаратом дисциплины	0	0,1	0,2
Ответ показывает понимание обучающимся связей между предметом вопроса и другими разделами дисциплины и/или другими дисциплинами	0	0,1	0,2
<b>Итого:</b>	<b>0</b>	<b>2,5</b>	<b>5</b>

**Шкала оценивания:**

«Отлично» («5») – от 4,5 до 5 баллов.

«Хорошо» («4») – от 3,5 до 4,4 баллов.

«Удовлетворительно» («3») – от 2,5 до 3,4 баллов.

«Неудовлетворительно» («2») – 2,4 и менее баллов.

**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 13С 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.

### КРИТЕРИИ ОЦЕНКИ

Реферат оценивается от 0 до 20 баллов:

Критерии оценки	Баллы		
	не соответствует критерию	частично соответствует критерию	полностью соответствует критерию
Работа включает все указанные в задании элементы	0	1	2
Работа оформлена в соответствии с требованиями	0	1	2
Студентом корректно оформлены заимствования	0	1	2
В реферате указана актуальная информация	0	1	2
Студентом представлены объективные проверенные научные источники информации	0	1	2
Реферат отражает идеи, высказанные в источниках	0	1	2
Студент сопоставляет данные нескольких источников, выявляет связи между ними, проводит сравнение, обобщение, классификацию	0	1	2
Студент представляет информацию кратко и информативно	0	1	2
Студент использует собственные формулировки для представления информации	0	1	2
Формулировки студента не искажают смыслы, изложенные в источниках	0	1	2
<b>Итого:</b>	<b>0</b>	<b>10</b>	<b>20</b>

#### **Шкала оценивания:**

«Отлично» («5») – от 18 до 20 баллов.

«Хорошо» («4») – от 14 до 17,9 баллов.

«Удовлетворительно» («3») – от 10 до 13,9 баллов.

«Неудовлетворительно» («2») – 9,9 и менее баллов.

### **Примерные варианты контрольной работы. Блок I**

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

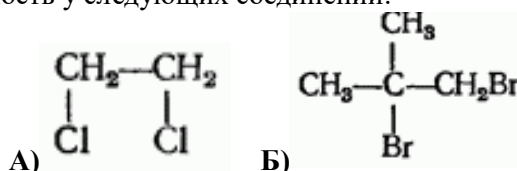
**по темам: титриметрические методы анализа, потенциометрия, спектрофотометрия, масс-спектрометрия, ЯМР-спектроскопия, ИК-спектроскопия**

#### **Вариант 1.**

1. Рассчитайте значение pH 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 балла)



2. Признаком выполнения закона Бугера–Ламберта–Бера является: **(2 балла)**
- рост оптической плотности с увеличением концентрации;
  - уменьшение оптической плотности с увеличением концентрации;
  - линейная зависимость оптической плотности от концентрации, берущая начало в нулевой точке начала координат;
  - 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. **(2 балла)**
4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1H$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: **(2 балла)**



5. Химический сдвиг протонов молекулы зависит от их химического окружения - на его величину влияют следующие факторы: **(2 балла)**
- локальный вклад электронного облака вокруг протона.
  - Эффекты соседних атомов и групп, которые могут изменять электронную плотность у протона.

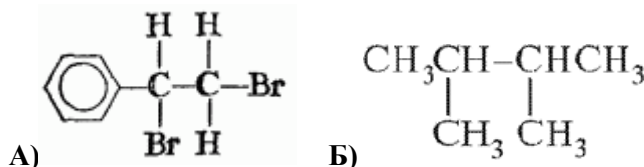
**Максимальное количество баллов – 10.**

### **Критерии оценивания теста**

- «Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.  
 «Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.  
 «Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.  
 «Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

### **Вариант 2.**

- Рассчитайте значение pH в точках, соответствующих 0, 10, 90, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1M раствора NaOH раствором HCl 0,1M. Изобразите кривую титрования. **(2 балла)**
- Причина, по которой не фотометрируют растворы бесцветных веществ: **(2 балла)**
  - они поглощают все длины волн видимого излучения;
  - для них характерны большие отклонения от закона Бугера - Ламберта - Бера;
  - они не поглощают в видимой части спектра;
  - для них неизвестен коэффициент экстинкции.
- 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. **(2 балла)**
- Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1H$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: **(2 балла)**



5. Мультиплетность сигнала: (2 балла)
- 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

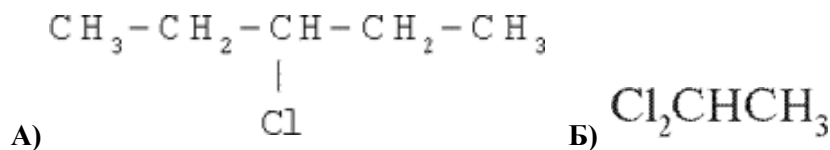
**Максимальное количество баллов – 10.**

**Критерии оценивания теста**

- «Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.  
 «Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.  
 «Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.  
 «Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

**Вариант 3.**

- Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 10, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 100 мл 0,1М раствора HCl раствором NaOH 0,1М. Изобразите кривую титрования. (2 балла)
- Молярный коэффициент экстинкции зависит от: (2 балла)
  - природы поглощающего вещества, температуры и давления;
  - природы поглощающего вещества, длины волны и температуры;
  - длины волны, температуры и давления;
  - температуры, давления и концентрации поглощающего веществ.
- На масс-спектре обнаружены следующие пики:  $M^+$ : 88,  $M+1$ : 89,  $M+2$ : 90, с интенсивностями: 100; 3,42; 0,64% соответственно. Определите брутто формулу соединения. (2 балла)
- Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1H$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: (2 балла)



- Чем больше энергия расщепления уровней в магнитном поле  $\Delta E$ , тем: (2 балла)
  - больше будет разность заселенностей этих уровней
  - меньше количество поглощаемой энергии
  - меньше будет разность заселенностей этих уровней
  - больше количество поглощаемой энергии

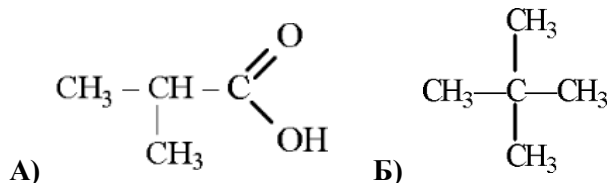
**Максимальное количество баллов – 10.**

**Критерии оценивания теста**

- «Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.  
«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.  
«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.  
«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

#### Вариант 4.

1. Рассчитайте значение pH в точках, соответствующих 0, 50, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1М раствора HCl раствором NaOH 0,1М. Изобразите кривую титрования. (2 балла)
2. Кювета сравнения должна быть заполнена: (2 балла)
  - а) анализируемым раствором;
  - б) 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. (2 балла)
4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР  $^1H$ , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: (2 балла)



5. Для установления конечной точки титрования при потенциометрии применяют: (2 балла)
  - а) Индикаторный электрод
  - б) Раствор индикатора

**Максимальное количество баллов – 10.**

#### **Критерии оценивания теста**

- «Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.  
«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.  
«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.  
«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

### **Вопросы контрольной работы. Блок II** **По дисциплине «Физико-химические методы анализа»** **Тестовые вопросы по теме: термоанализ**

1. Методом ТГА изучаются процессы:
  - а) Изменения теплоемкости;
  - б) Изменения температуры;
  - с) 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, которые 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 (нагревания 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:
  - a) Скорость изменения температуры вещества;
  - b) Температура вещества;
  - c) Разность температур между исследуемым веществом и эталоном.
16. Методом производного термического анализа измеряется:
  - a) Скорость изменения температуры вещества;
  - b) Температура вещества;
  - c) Разность температур между исследуемым веществом и эталоном.
17. Термомеханический анализ позволяет измерить:
  - a) Линейные и объемные размеры;

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

- с) Энергия, необходимая для разрыва химических связей.
33. Как называется график, отражающий результат термического анализа вещества?
- Термопара;
  - Термоанализ;
  - Термограмма.
34. Кривые нагревания для какого вещества были впервые зарегистрированы Ле-Шателье?
- Известняки и белая глина;
  - Вольфрам;
  - 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.
- Больше, но меньше;
  - Равно, но меньше;
  - Меньше; но больше.
36. В области высоких температур основным каналом передачи теплоты становится...
- Теплопередача;
  - Излучение;
  - Конвекция.
37. При ДТА, если правильно выбран эталон, то при его одновременном нагревании с образцом, разность температур между ними будет...
- Меньше нуля;
  - Больше нуля;
  - Близка к нулю.
38. Прямая горизонтальная линия и ее дополнительный отмеченной пунктирной линией участок является...
- Основной линией термограммы;
  - Основной(базовой) линией, которая бы получена при отсутствии в термического превращения;
  - Погрешность измерения.
39. Прототипом современного прибора для ДТА является:
- Дилатометр;
  - Спектрофотометр;
  - Пирометр.
40. ДСК-кривые представляют собой:
- Зависимость температуры от времени;
  - Зависимость выделяющегося газа от времени;
  - Зависимость теплового потока от температуры (времени).
41. По площади пиков полученных ДСК-кривых можно:
- Количественно определить энтальпию процессов;
  - Определить температуру фазовых переходов;
  - Вычислить массу примесей в образце.
42. Одним из недостатков ДТА является:
- Возможность использовать навески до 50 г;
  - Быстрый теплообмен;
  - Значительное влияние конвекции на теплообмен.
43. Одним из преимуществ ДСК является:
- Термопара имеет контактную площадку;
  - Возможность использовать навески до 2 г;
  - Точечный контакт между термопарой и тиглем.
44. Чтобы приблизиться к равновесным условиям в ходе проведения эксперимента, образец следует нагревать
- Как можно быстрее;
  - Как можно медленнее;
  - Не влияет на результат.
45. ДСК-измерения потока тепла, связанного со структурными и фазовыми переходами, дают информацию:
- Выделяющихся газов;
  - Компонентах исследуемого соединения;
  - Определение последовательности стадий сложной реакции и теплоту химических газов.
46. Методика термогравиметрического анализа позволяет:
- Определять термическую стабильность материалов;

- b) Определять удельную теплоемкость;
  - c) Определять чистоту материала.
47. Какие прилагаемые нагрузки используются в термомеханическом анализе?
- a) Сжатие, растяжение, изгиб;
  - b) Сжатие, прессование;
  - c) Сжатие, изгиб.
48. Рабочим органом для ТМА является:
- a) Терповесы;
  - b) Термопечь;
  - c) Кварцевая трубка.
49. Метод термосонометрии позволяет изучать:
- a) Температуры разложения исследуемых веществ;
  - b) Излучаемый веществом звук в зависимости от температуры;
  - c) Измерение модуля упругости (модуль Юнга).
50. На скорость процесса термоанализа влияют:
- a) Способ подвода тепла;
  - b) Способ подвода тепла и состояние окружающей среды;
  - c) Реакционная среда.
51. Что в приборе для термоанализа STA 449 C Jupiter (компания NETZSCH), дает надежную защиту высокоточным микровесам?
- a) Система открытия печи для замены образца с изолированным прободержателем;
  - b) Система подачи газа для проведения исследований;
  - c) Сменная печь.

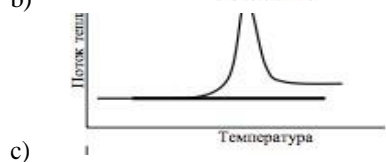
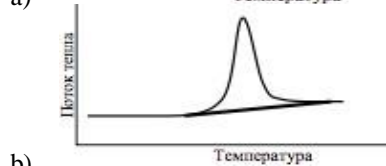
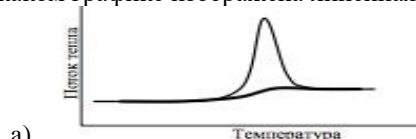
52. Какое уравнение соответствует теплоте фазового превращения?

a)  $dH = TdS + VdP.$

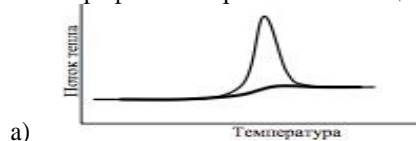
b)  $H = G - T \left( \frac{\partial G}{\partial T} \right)_P,$

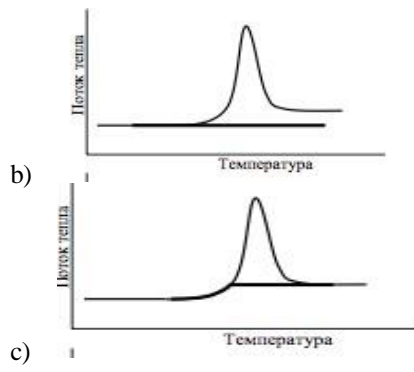
c)  $\Delta H_{\text{пл}} = \int_{t_1}^{t_2} \Delta \dot{Q} dt = f(T) \int_{t_1}^{t_2} \Delta T dt.$

53. На каком графике изображена линейная базовая линия?

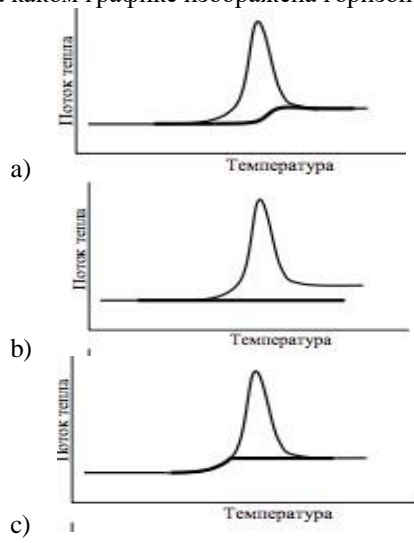


54. На каком графике изображена тангенциальная, пропорциональная площади, базовая линия?

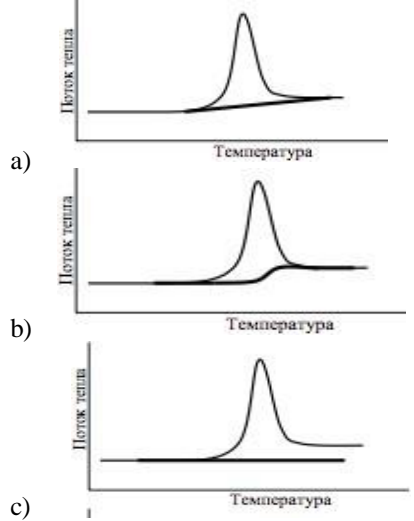




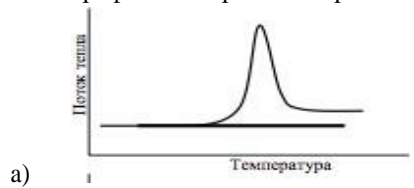
55. На каком графике изображена горизонтальная справа базовая линия?



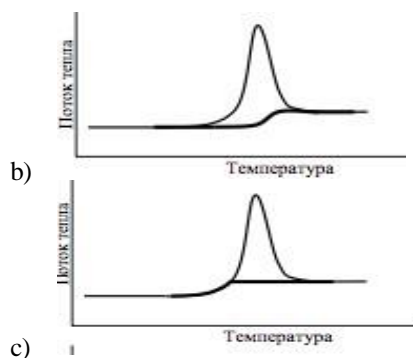
56. На каком графике изображена горизонтальная слева базовая линия?



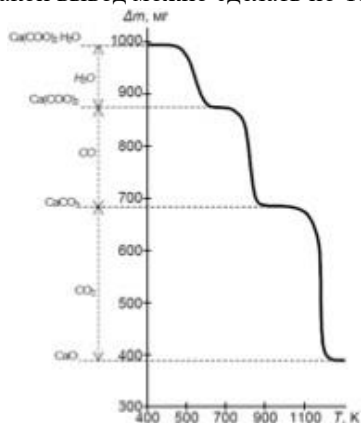
57. На каком графике изображена горизонтальная, пропорциональная площади, базовая линия?







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:
- а) Произойти реакции фазового перехода;
  - б) Скомпенсировать сторонние воздействия на результат измерения;
  - в) Пренебречь теплоемкостью контейнера.
67. Какое вещество желательно использовать в качестве образца сравнения при ДТА?
- а) Максимально близкое по физическим свойствам к исследуемому образцу, но инертное в интересующем диапазоне условий.
  - б) Не важно.
  - в) Максимально близкое по физическим свойствам к исследуемому образцу, реакционноспособное в интересующем диапазоне условий.
68. При ДТА линейная базовая линия подходит при следующих условиях:
- а) Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
  - б) Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
  - в) 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:
- а) Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
  - б) Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
  - в) 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:
- а) Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
  - б) Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
  - в) Когда теплоемкость препарата до и после превращения (пика) остаются практически неизменными и не зависят от температуры.
71. Чаще всего с помощью ДТА определяется:
- а) Вид изобарных сечений в области равновесий кристаллическая фаза – расплав;
  - б) Вид изотермических процессов в области равновесий кристаллическая фаза – расплав;
  - в) Вид изобарных сечений в области равновесий твердая фаза – расплав.
72. Современные приборы осуществляют ДТА:
- а) В низких температурных условиях;
  - б) В высоких температурных условиях;
  - в) От низких до высоких температур.
73. Какую по природе газовую атмосферу можно использовать при ДТА?
- а) Инертный газ;
  - б) Углекислый газ;
  - в) Статическую или поток различной скорости.
74. По какой причине нельзя полностью избежать «утечки тепла» при ДТА?
- а) Невозможно обеспечить вакуум в реакционной среде;
  - б) Невозможно сконструировать абсолютно симметричные измерительные ячейки;
  - в) Невозможно сконструировать абсолютно инертные измерительные ячейки.
75. «Тепловые утечки» при ДТА приводят к необходимости:
- а) Многократной калибровки прибора;
  - б) Использования корундовых тиглей;
  - в) Подведению системы охлаждения прибора.
76. Какая группа факторов может оказывать влияние на результаты ДСК измерений?
- а) Факторы, связанные с измерительным прибором;
  - б) Факторы, связанные с отводом тепла из реакционной среды;
  - в) Факторы, связанные с конструкцией измерительных ячеек.

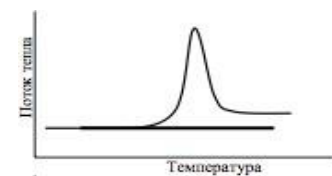
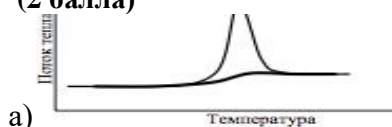
77. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к измерительному прибору?
- Теплопроводность;
  - Теплоемкость;
  - Скорость нагрева.
78. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к измерительному прибору?
- Степень кристалличности;
  - Размер и форма печи;
  - Теплопроводность.
79. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к характеристикам образца?
- Геометрия держателя образца;
  - Плотность упаковки частиц образца;
  - Скорость нагрева.
80. Какой фактор, оказывающий влияние на результаты ДСК измерений, можно отнести к характеристикам образца?
- Степень кристалличности;
  - Скорость нагрева;
  - 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 реакцию среду;

- c) Калибровать термовесы перед началом эксперимента.
90. Как влияет собственная атмосфера образца на протекание процесса?
- a) Приводит к понижению начальной температуры разложения и к понижению интервала температур реакции;
  - b) Приводит к повышению начальной температуры разложения и к повышению интервала температур реакции;
  - c) Приводит к повышению начальной температуры разложения и к понижению интервала температур реакции.
91. Какой фактор, связанный с измерительным прибором, влияет на характер ТГ-кривых?
- a) Химический состав материала контейнера для образца;
  - b) Теплопроводность;
  - c) Теплота реакции.
92. Какой фактор, связанный с характеристиками образца, влияет на характер ТГ-кривых?
- a) Форма держателя образца;
  - b) Растворимость в образце выделяющихся из него газов;
  - c) Скорость нагревания прободержателя.
93. Какими преимуществами обладает термоанализатор с вертикальной печью для загрузки образца?
- a) Позволяет контролировать поток выделяющихся газов и анализировать их;
  - b) Позволяет контролировать конвекцию газов и увеличивает устойчивость прободержателя;
  - c) Позволяет снизить «утечки теплоты».
94. На что может повлиять форма используемого тигля?
- a) 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;

**Примерный вариант контрольной работы. Блок II**  
**По дисциплине «Физико-химические методы анализа»**  
**Тестовые вопросы по теме: термоанализ**

**Вариант 1.**

1. Методом ТГА изучаются процессы: (2 балла)
- a) Изменения теплоемкости;
  - b) Изменения температуры;
  - c) Изменения массы.
2. 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. (2 балла)
- a) Больше, но меньше;
  - b) Равно, но меньше;
  - c) Меньше; но больше.
3. На каком графике изображена тангенциальная, пропорциональная площади, базовая линия? (2 балла)



- в)  На графике (в) по оси абсцисс отложено «Температура», по оси ординат — «Поток тепла». Кривая имеет горизонтальную базовую линию. На этой базовой линии расположен узкий, симметричный пик.
4. Какая группа факторов может оказывать влияние на результаты ДСК измерений? (2 балла)
- a) Факторы, связанные с измерительным прибором;
  - b) Факторы, связанные с отводом тепла из реакционной среды;
  - c) Факторы, связанные с конструкцией измерительных ячеек.
5. Как влияет собственная атмосфера образца на протекание процесса? (2 балла)
- a) Приводит к понижению начальной температуры разложения и к понижению интервала температур реакции;
  - b) Приводит к повышению начальной температуры разложения и к повышению интервала температур реакции;
  - c) Приводит к повышению начальной температуры разложения и к понижению интервала температур реакции.

**Максимальное количество баллов – 10.**

***Критерии оценивания теста***

«Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.

«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.

«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.

«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

**Вопросы для подготовки к зачету**  
**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.

## **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

### Критерии оценки ответов на экзаменационные вопросы:

Ответ на каждый экзаменационный вопрос оценивается от 0 до 15 баллов:

Критерии оценки ответа	Баллы		
	не соответствует критерию	частично соответствует критерию	полностью соответствует критерию
Ответ является верным	0	1	2
Обучающийся дает ответ без наводящих вопросов экзаменатора	0	1	2
Обучающийся практически не пользуется подготовленным черновиком	0	1	2



Ответ показывает уверенное владение обучающего терминологическим и методологическим аппаратом дисциплины	0	1,5	3
Ответ имеет четкую логичную структуру	0	1,5	3
Ответ показывает понимание обучающимся связей между предметом вопроса и другими разделами дисциплины и/или другими дисциплинами	0	1,5	3
<b>Итого:</b>	<b>0</b>	<b>7,5</b>	<b>15</b>

**Шкала оценивания:** за экзамен студент получает:

«Отлично» («5») – от 27 до 30 баллов.

«Хорошо» («4») – от 21 до 26,9 баллов.

«Удовлетворительно» («3») – от 15 до 20,9 баллов.

«Неудовлетворительно» («2») – 14,9 и менее баллов.

Программа составлена в соответствии с требованиями ОС ВО РУДН.

**Разработчики:** В.Ю. Жилкина, доцент ИБХТН, к.фарм.н.

А.М. Стойнова, ассистент ИБХТН

**Руководитель ОП**

**Директор ИБХТН, профессор, д.х.н.**



**Я.М. Станишевский**