

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

Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)

Рекомендовано МССН

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Наименование дисциплины

«Физико-химические методы анализа»

Рекомендуется для направления подготовки/специальности

33.04.01 «ПРОМЫШЛЕННАЯ ФАРМАЦИЯ»

Направленность программы (профиль)

«Биофармацевтические технологии и управление фармпроизводством»

2021 г.

1. Цель и задачи дисциплины:

Цель изучения дисциплины: 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.

Задачи дисциплины:

- ознакомление с основными понятиями и терминами физической химии и принципами организации физико-химического контроля исследуемых соединений;
- освоение студентами основных методов пробоотбора и пробоподготовки при анализе различных групп товаров;
- ознакомление с принципами физико-химических исследований;
- освоение студентами практических навыков работы с инструментальным оборудованием и приборами для выполнения различных видов анализа;
- освоение студентами навыков использования справочных систем, баз данных, атласов спектров и прочее для получения необходимой информации.
- изучить теоретические основы физико-химических методов анализа;
- освоить стандартные методики качественного и количественного анализа современными физико-химическими методами;
- получить практические навыки пробоподготовки качественного и количественного анализа органических веществ, в т.ч. фармакологически активных;
- развитие умений получать, обрабатывать, анализировать, оформлять и представлять в соответствии с требованиями метрологии данные, в том числе с применением компьютерной обработки данных.

2. Место дисциплины в структуре ОП ВО:

Дисциплина «Физико-химические методы анализа» относится к части, формируемой участниками образовательных отношений, блока 1 учебного плана и является дисциплиной по выбору.

В таблице 1 приведены предшествующие и последующие дисциплины, направленные на формирование компетенций дисциплины в соответствии с матрицей компетенций ОП ВО.

Таблица № 1

Предшествующие и последующие дисциплины, направленные на формирование компетенций

№ п/п	Шифр и наименование компетенции	Предшествующие дисциплины	Последующие дисциплины
1	ПК-2. Способен рассматривать и утверждать документацию, связанную с производством лекарственных средств, и организовывать ее выполнение, оценивать производственную и отчетную документацию, касающуюся технологических процессов	Надлежащая и регуляторная практика; Разработка и регистрация лекарственных средств	Принципы контроля качества лекарственных средств

3. 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	ПК-2. Способен рассматривать и утверждать документацию, связанную с производством лекарственных средств, и организовывать ее выполнение, оценивать производственную и отчетную документацию, касающуюся технологических процессов	ПК-2.1. Способен работать с отечественной и зарубежной нормативной документацией на лекарственное сырьё.

В результате изучения дисциплины студент должен:

Знать:

- основные понятия, методы и процедуры физико-химических методов 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 физико-химических методов 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 физико-химических методов анализа.

3. Объем дисциплины и виды учебной работы

Общая трудоемкость дисциплины составляет 4 зачетные единицы.

3.1. для очной формы обучения

Вид учебной работы	Всего часов	2 курс			
		Семестры			
		5	6	7	8
Аудиторные занятия (всего)	55	55			
Лекции	20	20			
Практические занятия (ПЗ)	20	20			
Лабораторные работы (ЛР)	15	15			
Самостоятельная работа (всего)	89	89			
Рефераты					
Подготовка к контрольным работам					
Домашнее задание.	27	27			
Подготовка к промежуточной аттестации	62	62			
Вид промежуточной аттестации (зачет, экзамен)	Экзамен	Экзамен			
Общая трудоемкость, час	144	144			
зач. ед.	4	4			

3.2. для заочной формы обучения

Вид учебной работы	Всего часов	2 курс		
		УС	ЗС	ЛС
Аудиторные занятия (всего)	12	12		
Лекции	4	4		
Практические занятия (ПЗ)	4	4		
Семинары (С)				
Лабораторные работы (ЛР)	4	4		
Самостоятельная работа (всего)	132	132		
Подготовка к контрольным работам	9	9		
Домашняя работа	123	123		

Вид промежуточной аттестации (зачет, экзамен)	экзамен	экзамен		
Общая трудоемкость, час	144	144		
зач. ед.	4	4		

УС – установочная сессия, ЗС – зимняя сессия, ЛС – летняя сессия

4. Содержание дисциплины

4.1. Содержание разделов дисциплины

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела
1	Классификация методов анализа: химические методы анализа, инструментальные методы анализа, биологические методы анализа.	Цели, задачи и основные понятия аналитической химии. Выбор метода анализа. Задачи методов аналитической химии. Классификация методов аналитической химии. Химические методы количественного анализа. Гравиметрия. Применение гравиметрических методов. Титриметрические методы, их классификация. 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. Метрологические основы аналитической химии. Капиллярный электрофорез. Электрохимические методы анализа. Классификация. Потенциометрия, вольтамперометрия, кулонометрия, кондуктометрия.
2	Аналитический сигнал. Предел обнаружения. Виды и формы записи аналитического сигнала.	Вид аналитического сигнала - интегральный, дифференциальный, соотношение сигнал : шум, цифровая, аналоговая форма записи сигнала, способы использования компьютеров в инструментальных методах анализа.
3	Спектральные методы анализа. Характер взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, обзор различных видов спектрального анализа.	Спектрометрические методы анализа. Атомная спектрометрия. Атомно-эмиссионный анализ. Рентгеновская спектрометрия. Атомно-эмиссионная фотометрия пламени. Атомно-абсорбционный метод. Атомно-абсорбционная спектрофотометрия. Понятие о радиометрических методах.
4	Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой областях. Применение данного вида спектроскопии.	Молекулярная спектрометрия. Спектрофотометрический анализ. Приемы спектрофотометрии. Погрешности в спектрофотометрии. Приемы спектрофотометрического анализа. Блок-схема приборов. Пробоподготовка.
5	Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии.	Флуориметрический анализ. Флуоресценция и фосфоресценция. Применение в анализе биологически активных соединений. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
6	Спектроскопия в инфракрасной области. Применение данного вида спектроскопии.	Инфракрасная спектрометрия. Характеристические полосы поглощения. БИК-спектроскопия. Корреляционные таблицы. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
7	Спектроскопия ЯМР. Основы метода. Применение в анализе органических соединений.	Спектрометрия ядерного магнитного резонанса. Химический сдвиг, константы спин-спинового взаимодействия, интегральная интенсивность сигнала. Блок - схема приборов. Пробоподготовка.
8	Применение спектроскопии ЯМР. Особенности спектроскопии на ядрах углерода ^{13}C .	Особенности спектроскопии на ядрах углерода ^{13}C . Блок - схема приборов. Пробоподготовка.
9	Масс-спектрометрические методы элементного анализа. Применение в анализе органических соединений.	Проблема выбора метода анализа. Концентрирование. Понятие об анализе высокочистых веществ. Масс-спектрометрические методы элементного анализа функциональных материалов.
10	Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм.	Стериоизомерия соединений. Поляриметрия. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм. Применение методов. Техника измерения. Приборы.
11	Хроматография. Основы метода. Классификация	Классификация хроматографических методов. Хроматограмма и хроматографические параметры. Общая теория

	хроматографических методов анализа.	хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Капиллярные силы. Принудительное движение.
12	Газовая хроматография. Газожидкостная хроматография. Жидкостная хроматография. ВЭЖХ. Основы методов.	Устройство газового хроматографа. Газы – носители. Блок ввода и испарения пробы. Хроматографические колонки. Неподвижные жидкие фазы. Детекторы. Неподвижные жидкие фазы. Качественный и количественный анализ. Блок-схема прибора. Пробоподготовка.
13	Основы ионообменной хроматографии, эксклюзионной хроматографии, аффинной хроматографии.	Константы ионообменного равновесия. Неподвижные жидкие фазы. Применение данных видов хроматографии.

4.2. Разделы дисциплин и виды занятий

4.2.1. для очной формы обучения

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	ЛК	ЛР	ПР	СРС	Всего час.
1.	Классификация методов анализа: химические методы анализа, инструментальные методы анализа, биологические методы анализа.	1	4		7	12
2.	Аналитический сигнал. Предел обнаружения. Виды и формы записи аналитического сигнала.	2	7		7	16
3.	Спектральные методы анализа. Характер взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, обзор различных видов спектрального анализа.	2		3	7	12
4.	Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой областях. Применение данного вида спектроскопии.	2	4		6	12
5.	Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии.	1			6	7
6.	Спектроскопия в инфракрасной области. Применение данного вида спектроскопии.	2		5	7	14
7.	Спектроскопия ЯМР. Основы метода. Применение в анализе органических соединений.	2		3	7	12
8.	Применение спектроскопии ЯМР. Особенности спектроскопии на ядрах углерода ¹³ C.	1		2	7	10
9.	Масс-спектрометрические методы элементного анализа. Применение в анализе органических соединений.	1		2	7	10
10.	Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм.	1			7	8
11.	Хроматография. Основы метода. Классификация хроматографических методов анализа.	2		2	7	11
12.	Газовая хроматография. Газожидкостная хроматография. Жидкостная хроматография. Основы методов.	2		3	7	12
13.	Основы ионообменной хроматографии, эксклюзионной хроматографии, аффинной хроматографии.	1			7	8
	ВСЕГО	20	15	20	89	144

4.2.2. для заочной формы обучения

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	ЛК	ЛР	ПР	СРС	Всего час.
1.	Классификация методов анализа: химические методы анализа, инструментальные методы анализа, биологические методы анализа. Аналитический сигнал. Предел обнаружения. Виды и формы записи аналитического сигнала. Спектральные методы анализа. Характер взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, обзор различных видов спектрального анализа.	1	3	1	33	38

2.	Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой областях. Применение данного вида спектроскопии. Флуоресцентная спектроскопия. Применение данного вида спектроскопии. Спектроскопия в инфракрасной области. Применение данного вида спектроскопии.	1	1	1	33	36
3.	Спектроскопия ЯМР. Основы метода. Применение в анализе органических соединений. Применение спектроскопии ЯМР. Особенности спектроскопии на ядрах углерода ^{13}C . Масс-спектрометрические методы элементного анализа. Применение в анализе органических соединений. Хироптические методы анализа. Дисперсия оптического вращения, круговой дихроизм.	1		1	33	35
4.	Хроматография. Основы метода. Классификация хроматографических методов анализа. Газовая хроматография. Газожидкостная хроматография. Жидкостная хроматография. Основы методов. Основы ионообменной хроматографии, эксклюзионной хроматографии, аффинной хроматографии.	1		1	33	35
	ВСЕГО	4	4	4	132	144

5. Лабораторный практикум

5.1. для очной формы обучения

№ п/п	№ раздела дисциплины	Наименование лабораторных работ	Трудоемкость (час.)
1.	1,2	Титриметрические методы анализа для количественного определения веществ.	2
2.	1,2	Потенциометрия в количественном определении кислот.	2
3.	4	Количественное определение веществ спектрофотометрическим методом.	4
4.	1,2	Термографиметрический анализ оксалата кальция.	2
5.	1,2	Проведение ДТА/ТГА анализа.	3
6.	1,2	Проведение ДСК парацетамола.	2

5.2. для заочной формы обучения

№ п/п	№ раздела дисциплины	Наименование лабораторных работ	Трудоемкость (час.)
1.	1,2	Титриметрические методы и потенциометрия в количественном определении веществ.	1
2.	4	Количественное определение веществ спектрофотометрическим методом.	2
3.	1,2	Термографиметрический анализ оксалата кальция. Проведение ДТА/ТГА анализа. Проведение ДСК парацетамола.	1

6. Практические занятия (семинары)

6.1. для очной формы обучения

№ п/п	№ раздела дисциплины	Тематика практических занятий (семинаров)	Трудоемкость (час.)
1.	7,8	Практическое применение метода ЯМР в анализе различных соединений.	5
2.	9	Применение масс-спектропии в анализе органических соединений.	2
3.	11	Хроматографические методы фармацевтического анализа.	2
4.	6	Применение методов ИК-спектроскопии в определении подлинности лекарственных препаратов.	5

5	3	Атомно-абсорбционная спектроскопия в фармацевтическом анализе	3
6	12	Капиллярный электрофорез и его применение в фармацевтическом анализе.	3

6.2. для заочной формы обучения

№ п/п	№ раздела дисциплины	Тематика практических занятий (семинаров)	Трудоемкость (час.)
1.	3	Практическое применение метода ЯМР в анализе различных соединений. Применение масс-спектропии в анализе органических соединений.	1
2.	4	Хроматографические методы фармацевтического анализа Капиллярный электрофорез и его применение в фармацевтическом анализе	1
3.	2	Применение методов ИК-спектроскопии в определении подлинности лекарственных препаратов	1
4.	1	Атомно-абсорбционная спектроскопия в фармацевтическом анализе	1

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины:

Лекции, семинары:

Учебная аудитория 636: Комплект специализированной мебели (20 посадочных мест); технические средства: Мультимедийный проектор Everycom Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1 шт. Обеспечен выход в интернет. Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials

Лабораторные работы:

Лаборатория П-6: Комплект специализированной мебели; Технические средства: 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

Лаборатория П-8: Комплект специализированной мебели; Технические средства: Прибор для количественного определения наночастиц Nanophox PSS; Спектрофотометр Lambda 950.

Лаборатория П-13: Комплект специализированной мебели; Технические средства: Роторный испаритель RV8 IKA Werke GmbH. RV8; pH-метр лабораторный АНИОН-4100 «Евростандарт ТП», г.СПб; Плазменный комплекс Горыныч ГП37-10. ООО «Аспромт» Россия; Ротационный вискозиметр Brookfield DV3TLV с поверкой (США; Фирма «Brookfield Engineering Laboratories, Inc»); Ультразвуковой генератор И100-840; Прибор экологического контроля «Биотокс-10М»; Бидистиллятор стеклянный БС; Весы аналитические РА64С «ОНАУС».

Лаборатория П-19: Комплект специализированной мебели; Технические средства: прибор синхронного термического анализа NETZSCH Jupiter F1 с квадрупольным масс-анализатором; Программное обеспечение для оборудования.

8. Информационное обеспечение дисциплины

а) программное обеспечение

Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials.

б) базы данных, информационно-справочные и поисковые системы:

<http://lib.rudn.ru> (Учебно-научный информационный библиотечный центр РУДН);

<https://elibrary.ru> (Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU);

<https://www.scopus.com/> (Скопус - библиографическая и реферативная база данных и инструмент для отслеживания цитируемости статей, опубликованных в научных изданиях);

9. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины:

а) основная 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): учебно-метод. пособие / А.М. Стойнова, Я.М. Станишевский // М.: РУДН, 2016. – 43 с.
3. 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.

б) дополнительная литература:

1. Государственная Фармакопея Российской Федерации Изд. XIV. Ч.1 Методы анализа ЛС-2018. Государственная Фармакопея Российской Федерации Изд. XIV. - 2018. <http://femb.ru/femb/pharmacopoea.php>
2. 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
3. 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
4. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство: Учебное пособие / Под ред. В.Б.Алесковского. - Л. : Химия, 1988. - 373 с. - ISBN 5-7245-0013-2 : 1.20.
5. 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.

10. Методические рекомендации по организации изучения дисциплины

Методические рекомендации по написанию и защите рефератов

Реферат 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 приложение.

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.

Правила поведения и техники безопасности в химической лаборатории

1. Следует работать обязательно в халате. Категорически запрещается принимать пищу, пить воду в лаборатории. Нельзя работать в лаборатории в неустановленное время.
2. К выполнению лабораторной работы можно приступать после тщательного изучения методики и правил работы с приборами.
3. После окончания работы следует вымыть посуду, отключить электроприборы, выключить воду, привести в порядок рабочее место и сдать его лаборанту.
4. Следует соблюдать определенные правила при работе с реактивами: концентрированные растворы кислот нельзя выливать в раковину; нельзя путать крышки от склянок и банок, это ведет к загрязнению реактивов; недопустимо брать твердые реактивы руками, нюхать, пробовать их на вкус; при наливании растворов пользуются воронкой, лишнее количество реактива нельзя выливать обратно, для этого используется колба с надписью «слив»; при отборе проб растворов кислот и щелочей, органических жидкостей их следует набирать в пипетку с помощью груши или дозатором.

Правила оформления работы в лабораторном журнале

1. Написать название работы, цель работы и теоретические введение (основные законы, уравнения, формулы, эскизы графиков);
2. В экспериментальной части указать реактивы и оборудование, условие проведения эксперимента; результаты измерений и расчётов по экспериментальным данным, представленные в виде таблиц и графиков, привести в тетради.
4. Записать вывод или заключение о результатах работы.

11. Фонды оценочных средств для проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации

Работа в семестре

Максимальное число баллов, набранных в семестре – 70, экзамен – 30.

Вид задания	Число заданий	Кол-во баллов	Сумма баллов
Лабораторные работы	6	5	30
Контрольные работы	2	10	20
Реферат	1	20	20
Экзамен	1	30	30
ИТОГО			100

Соответствие систем оценок (используемых ранее оценок итоговой академической успеваемости, оценок ECTS и балльно-рейтинговой системы (БРС) оценок текущей успеваемости):

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
51 - 68	3	61 - 68	3+	D
		51 - 60	3	E
0 - 50	2	31 - 50	2+	FX
		0 - 30	2	F

График проведения экзамена формируется в соответствии с календарным планом курса.

Лабораторный практикум является формой групповой аудиторной работы в малых группах. Основная цель лабораторного практикума – это приобретение практических навыков в

области дисциплины «Физико-химические методы анализа», знакомство с приборами и средствами измерения, способами контроля и измерения показателей качества анализируемых объектов.

Перед проведением лабораторных работ в рамках каждого Блока студент должен самостоятельно освоить процедуру их подготовки и выполнения - текущий контроль знаний (оценивается в баллах).

Если студент правильно отвечает на тестовые или устные вопросы – он допускается к выполнению лабораторных работ на приборе. Если студент не прошел текущий контроль знаний – он не получает допуск к работе на приборе, однако он должен присутствовать на лабораторной работе, оформить протокол и защитить лабораторную работу, в таком случае, выполнение и допуск к работе не оцениваются баллами.

Каждая лабораторная работа должна быть оформлена протоколом. Защита лабораторных работ оценивается в баллах. Время защиты устанавливается преподавателем, ведущим модуль дисциплины.

Отработка лабораторных работ в программе не предусмотрена.

Если студент отсутствовал на лабораторном практикуме по уважительной причине – по болезни – он предоставляет в деканат медицинскую справку, получает допуск и затем отрабатывает пропущенный материал.

Если факт уважительной причины не установлен – студент не получает допуск к отработкам. Студенты обязаны сдавать все задания в сроки, установленные преподавателем.

По каждому из блоков I и II предусмотрена контрольная работа, в виде задач, письменных ответов на вопросы или тестовых вопросов.

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.

Разрешается однократно переписать контрольную работу, если по ней получено менее 20% планируемых баллов, при этом аннулируются ранее полученные по этой контрольной работе баллы. Срок переписывания устанавливает преподаватель.

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 экзамену с любым количеством баллов (но не менее 31 балла), набранном в семестре, и при условии, что он получил зачет по каждой лабораторной работе, независимо от наличия / отсутствия баллов за их выполнение, и написал контрольные работы по Блокам I и II.

Если в итоге за семестр студент получил менее 31 балла, то ему выставляется оценка F и студент должен повторить эту дисциплину в установленном порядке.

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

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС 33.04.01 «Промышленная фармация».

Разработчик:

Ассистент ИБХТН, к.фарм.н.

В.Ю. Жилкина

Ассистент ИБХТН

А.М. Стойнова

Руководитель программы/

Директор ИБХТН, д.х.н.

Я.М. Станишевский

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

УТВЕРЖДЕН

Ученым советом ИБХТН «23» апреля 2019г.,
протокол № 20

Директор ИБХТН

У.С.Т.

(подпись)

Я.М. Станишевский



**ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ
по учебной дисциплине**

Физико-химические методы анализа

(наименование дисциплины)

33.04.01 Промышленная фармация

(код и наименование направления подготовки)

«Биофармацевтические технологии и управление фармпроизводством»

(наименование профиля подготовки)

Магистр

Квалификация (степень) выпускника

Направление 33.04.01 «Промышленная фармация»
 Профиль «Биофармацевтические технологии и управление фармпроизводством»
 Дисциплина «Физико-химические методы анализа»

Код контролируемой компетенции	Контролируемый раздел дисциплины	ФОСы (формы контроля уровня освоения ООП)			
		Аудиторная работа		Самостоятельная работа	
		ЛР	КР	Реферат	Экзамен
ОПК-3. Способен проводить и организовывать научные исследования в области обращения лекарственных средств	Титриметрические методы анализа для количественного определения веществ.	5			
	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-спектроскопии в определении подлинности лекарственных препаратов		10		
	Атомно-абсорбционная спектроскопия в фармацевтическом анализе				
	Капиллярный электрофорез и его применение в фармацевтическом анализе				
Итого:					100

ЛР - лабораторные работы, КР – контрольные работы.

Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по модулям:

По дисциплине «Физико-химические методы анализа»

Код контролируемой компетенции ОПК-3

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
Итого:	0	2,5	5

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»

Код контролируемой компетенции ОПК-3

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}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.

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
Итого:	0	10	20

Шкала оценивания:

«Отлично» («5») – от 18 до 20 баллов.

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

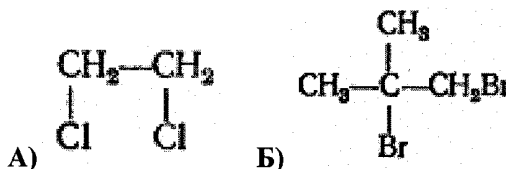
«Удовлетворительно» («3») – от 10 до 13,9 баллов.

«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
Код контролируемой компетенции ОПК-3

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)
 - 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.
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)
 - а) локальный вклад электронного облака вокруг протона.
 - б) Эффекты соседних атомов и групп, которые могут изменять электронную плотность у протона.

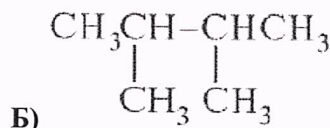
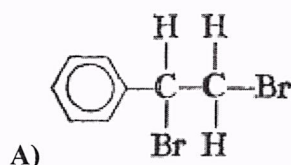
Максимальное количество баллов – 10.

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.

1. Рассчитайте значение pH 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 балла)
2. Причина, по которой не фотометрируют растворы бесцветных веществ: (2 балла)
 - 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. (2 балла)
4. 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)
 - а) является результатом непрямого взаимодействия находящихся рядом протонов
 - б) несет информацию о том, сколько протонов этот сигнал образуют
 - в) 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.

1. Рассчитайте значение pH 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)
2. Молярный коэффициент экстинкции зависит от: (2 балла)
 - а) природы поглощающего вещества, температуры и давления;
 - б) природы поглощающего вещества, длины волны и температуры;
 - в) длины волны, температуры и давления;
 - г) температуры, давления и концентрации поглощающего веществ.
3. 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)
4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР 1H , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: (2 балла)

$$\begin{array}{c} CH_3 - CH_2 - CH - CH_2 - CH_3 \\ | \\ Cl \end{array}$$

А)

$$Cl_2CHCH_3$$

Б)
5. Чем больше энергия расщепления уровней в магнитном поле ΔE , тем: (2 балла)
 - а) больше будет разность заселенностей этих уровней
 - б) меньше количество поглощаемой энергии
 - в) меньше будет разность заселенностей этих уровней
 - г) больше количество поглощаемой энергии

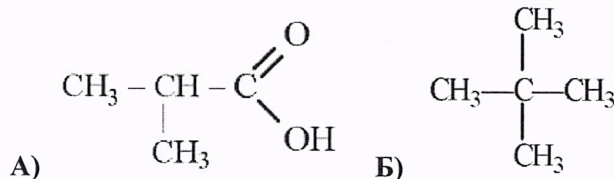
Максимальное количество баллов – 10.

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
Код контролируемой компетенции ОПК-3

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, 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.
 - c) 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:
- 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:
- a) Выделяющихся газах;
 - b) Компонентах исследуемого соединения;
 - c) Определение последовательности стадий сложной реакции и теплоту химических газов.
46. Методика термогравиметрического анализа позволяет:
- a) 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 термосониметрии 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) $dH = TdS + VdP.$

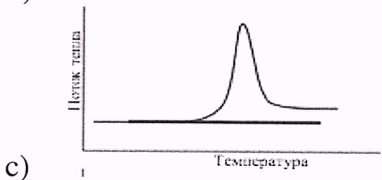
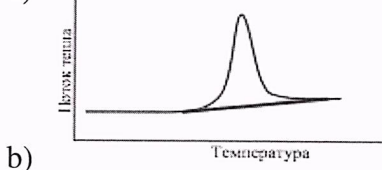
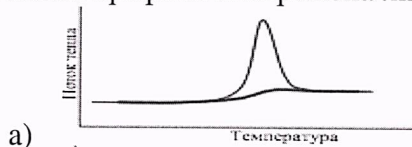
$$H = G - T \left(\frac{\partial G}{\partial T} \right)_P,$$

b)

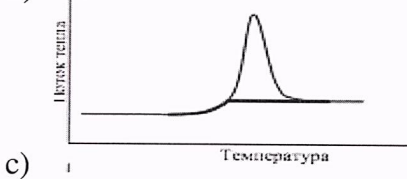
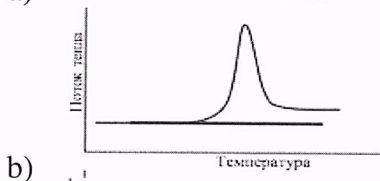
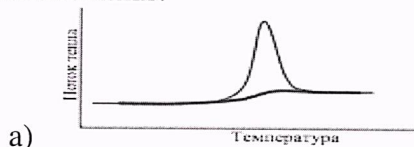
$$\Delta H_{\text{ф.п.}} = \int_{t_1}^{t_2} \Delta \dot{Q} dt = f(T) \int_{t_1}^{t_2} \Delta T dt.$$

c)

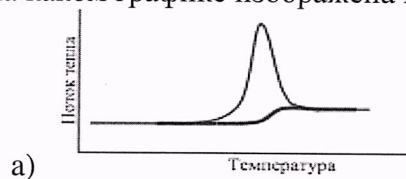
53. На каком графике изображена линейная базовая линия?

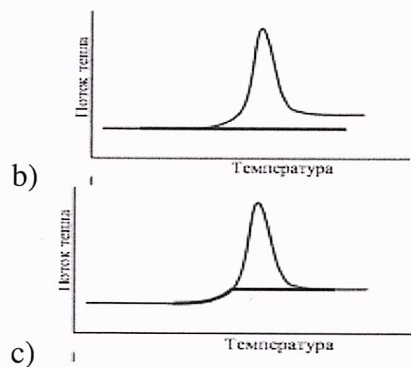


54. На каком графике изображена тангенциальная, пропорциональная площади, базовая линия?

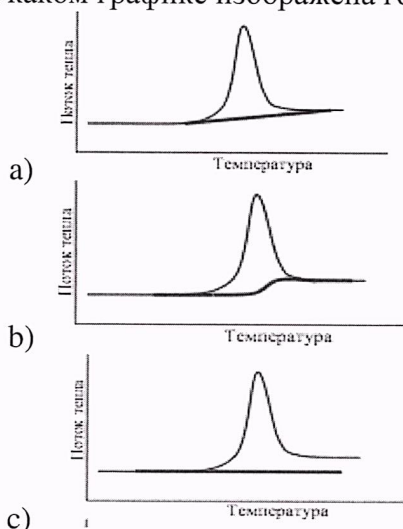


55. На каком графике изображена горизонтальная справа базовая линия?

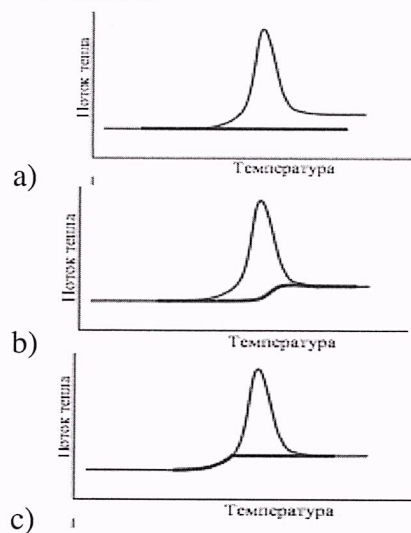




56. На каком графике изображена горизонтальная слева базовая линия?



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



58. На чем основана температурная калибровка прибора?

- a) На оценке температуры плавления оксалата кальция;
- b) На оценке температуры плавления стандартов из металлов высшей степени очистки;
- c) На основе анализа термограммы вещества.

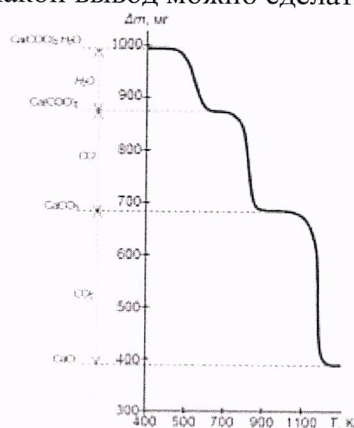
59. Какое уравнение лежит в определении чистоты вещества при ДСК?

- a) Уравнение Ле-Шателье;
- b) Уравнение Гельмгольца;
- c) Уравнение Вант-Гоффа.

60. Какая степень чистоты должна быть у образцов, соответствующих уравнению Вант-Гоффа, при ДСК?

- a) До 1 моль%;
- b) До 5 моль%;
- c) До 8 моль%.

61. Какой вывод можно сделать по ТГА-кривой оксалата кальция?



- a) Образец имеет 3 ступени потери массы;
- b) Образец термостабилен;
- c) В образце происходят 3 фазовых перехода.

62. Какие измерения должен включать в себя ДСК для определения удельной теплоемкости?

- a) Калибровка и исследуемый образец;
- b) Базовая линия и исследуемый образец;
- c) Базовая линия, калибровка, исследуемый образец.

63. Как следует провести ДСК-измерения для определения энергии активации?

- a) Один раз при заданной скорости;
- b) Несколько раз с различными скоростями;
- c) Несколько раз в разной реакционной среде.

64. В следствии чего при ДТА температура исследуемого образца и эталона начинают различаться?

- a) Изменения температуры в образце;
- b) Изменения температуры в эталоне;
- c) Заполнения камеры газом.

65. Каким методом исследования является ДТА?

- a) Качественным;
- b) Количественным;
- c) Химическим.

66. При ДТА конструкция с двойной измерительной ячейкой позволяет:

- a) Произойти реакции фазового перехода;
- b) Скомпенсировать сторонние воздействия на результат измерения;
- c) 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:
- Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
 - Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
 - 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:
- Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
 - Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
 - 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:
- Когда необходимо учитывать как изменение теплоемкости системы после реакции, так и ее температурную зависимость;
 - Когда процесс протекает со значительным изменением теплоемкости, но теплоемкость как реагентов, так и продуктов слабо зависят от температуры;
 - Когда теплоемкость препарата до и после превращения (пика) остаются практически неизменными и не зависят от температуры.
71. Чаще всего с помощью ДТА определяется:
- Вид изобарных сечений в области равновесий кристаллическая фаза – расплав;
 - Вид изотермических процессов в области равновесий кристаллическая фаза – расплав;
 - Вид изобарных сечений в области равновесий твердая фаза – расплав.
72. Современные приборы осуществляют ДТА:
- В низких температурных условиях;
 - В высоких температурных условиях;
 - От низких до высоких температур.
73. Какую по природе газовую атмосферу можно использовать при ДТА?
- Инертный газ;
 - Углекислый газ;
 - Статическую или поток различной скорости.
74. По какой причине нельзя полностью избежать «утечки тепла» при ДТА?
- Невозможно обеспечить вакуум в реакционной среде;
 - Невозможно сконструировать абсолютно симметричные измерительные ячейки;
 - Невозможно сконструировать абсолютно инертные измерительные ячейки.

75. «Тепловые утечки» при ДТА приводят к необходимости:
- Многократной калибровки прибора;
 - Использования корундовых тиглей;
 - Подведению системы охлаждения прибора.
76. Какая группа факторов может оказывать влияние на результаты ДСК измерений?
- Факторы, связанные с измерительным прибором;
 - Факторы, связанные с отводом тепла из реакционной среды;
 - 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...
- a) Медленнее достигается равновесие и тем больше для любой заданной температуры степень разложения;
 - b) Быстрее достигается равновесие и тем больше для любой заданной температуры степень разложения;
 - c) Быстрее достигается равновесие и тем меньше для любой заданной температуры степень разложения.
86. Теплота реакции определяет величину разности...
- a) Температур среды и печи;
 - b) Температур держателя образца и печи;
 - c) Образца и печи.
87. Источником возможных ошибок в термогравиметрии можно считать:
- a) Конвекционные потоки и турбулентность в печи;
 - b) Выделяющиеся в ходе реакций газы;
 - c) Чувствительность весов.
88. Как изменяется плотность газовой фазы и, следовательно, выталкивающая сила, действующая на образец, с увеличением температуры?
- a) Увеличивается;
 - b) Уменьшается;
 - c) Остается неизменной.
89. Каким способом можно предотвратить ошибки на оси массы записывающего устройства?
- a) Использовать тигли из инертных металлов;
 - b) Использовать другую реакционную 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
Код контролируемой компетенции ОПК-3

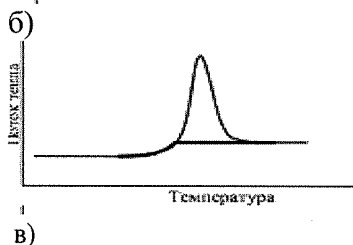
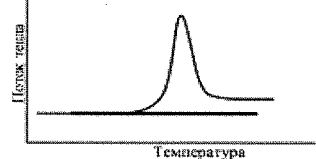
Вариант 1.

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)



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 экзамену **По дисциплине «Физико-химические методы анализа»** **Код контролируемой компетенции ОПК-3**

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}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}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
Итого:	0	7,5	15

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.

Разработчики:

Ассистент ИБХТН, к.фарм.н.

Ассистент ИБХТН

В.Ю. Жилкина

А.М. Стойнова