

Белорусский государственный университет

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе
и образовательным инновациям

 О.Г. Прохоренко

«01» декабря 2022 г.

Регистрационный № УД- 11514 /уч.

**ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**Учебная программа учреждения высшего образования
по учебной дисциплине для специальностей:**

1-31 05 01 Химия (по направлениям)

направления специальности:

1-31 05 02 Химия лекарственных соединений

1-31 05 03 Химия высоких энергий

1-31 05 04 Фундаментальная химия

2022 г.

Учебная программа составлена на основе ОСВО 1-31 05 02-2021, ОСВО 1-31 05 03-2021, ОСВО 1-31 05 04-2021 и учебных планов №G31-235/уч., №G31-235/уч., №G31-237/уч., утвержденных 22.03.2022г. и №G31-1-008/уч., №G31-1-009/уч., №G31-1-010/уч., утвержденных 25.05.2021г.

СОСТАВИТЕЛИ:

В.В. Егоров, профессор кафедры аналитической химии Белорусского государственного университета, доктор химических наук, профессор;

М.Ф. Заяц, заведующий кафедрой аналитической химии Белорусского государственного университета, доктор химических наук, доцент.

РЕЦЕНЗЕНТЫ:

Е.А. Стрельцов, заведующий кафедрой электрохимии химии Белорусского государственного университета, доктор химических наук, профессор;

А.Л. Козлова-Козыревская, заведующий кафедрой химии Белорусского государственного педагогического университета имени М.Танка, кандидат химических наук, доцент.

РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ:

Кафедрой аналитической химии
(протокол №4 от 17.10.2022 г.)

Научно-методическим Советом БГУ
(протокол № 2 от 29.11.2022 г.)

Заведующий кафедрой _____



Заяц М.Ф.

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

В настоящее время подавляющее большинство задач, связанных с получением информации о качественном и количественном химическом составе различных объектов, решается с помощью инструментальных, в том числе, хроматографических методов анализа. Поэтому инструментальные и хроматографические методы анализа являются важнейшим разделом современной аналитической химии, изучение которого совершенно необходимо для подготовки квалифицированных специалистов-химиков. Изучение дисциплины «Инструментальные и хроматографические методы анализа» базируется на знании студентами основ органической химии в объеме программы обязательного среднего (полного) образования, а также неорганической химии, аналитической химии (химические методы анализа), физики и математики в объеме программ ОСВО 1-31 05 02-2021, ОСВО 1-31 05 03-2021, ОСВО 1-31 05 04-2021.

Цель данной учебной дисциплины – формирование у студентов системных знаний об основных физических законах и процессах, лежащих в основе современных методов анализа, а также о механизмах и принципах генерирования аналитического сигнала, связанных с индивидуальными химическими свойствами определяемых веществ и обусловленных ими возможностях их идентификации и количественного определения.

Задачи данной учебной дисциплины:

- ознакомить студентов с теоретическими основами инструментальных и хроматографических методов анализа, с методами и приемами работы на основных типах аналитического оборудования, а также с методами пробоподготовки анализируемых объектов различного происхождения;
- показать значение инструментальных и хроматографических методов анализа в будущей профессиональной деятельности для решения научных и производственных задач (контроль технологических процессов и качества готовой продукции; мониторинг состояния окружающей среды; медицинская биохимическая диагностика и др.);
- показать при изучении курса диалектическую взаимосвязь между использованием достижений других наук в разработке инструментальных и хроматографических методов анализа и ролью разрабатываемых методов анализа в развитии этих наук;
- сформировать навыки самостоятельной работы с учебной и специальной литературой, навыки проведения лабораторного эксперимента, умения обрабатывать, обобщать и обсуждать экспериментальные результаты.
- обеспечить общенаучную подготовку студентов с учетом будущей специальности, позволяющую грамотно формулировать постановку аналитической задачи и ориентироваться в возможностях различных инструментальных и хроматографических методов применительно к анализу реальных объектов.

Учебная программа по учебной дисциплине «Инструментальные и хроматографические методы анализа» включает в себя следующие разделы: вводную часть, общие теоретические основы электрохимических, оптических и хроматографических методов анализа, а также общую методологию процесса анализа.

Во вводной части рассматриваются основные задачи аналитической химии, роль ее в современном обществе проблемы и тенденции развития на современном этапе. Далее рассматриваются электрохимические (потенциометрические, вольтамперометрические, кулонометрические, кондуктометрические и др.), оптические (атомная и молекулярная эмиссионная и абсорбционная спектроскопия, преимущественно, с использованием излучения в видимой и ближней УФ области; основные принципы ИК-спектроскопии; нефелометрия, турбидиметрия, и др.) и хроматографические (газовая, жидкостная, ионная, эксклюзионная колоночная; плоскостная хроматография) методы анализа. Рассматриваются также методы капиллярного электрофореза, биологические и кинетические методы анализа. При рассмотрении конкретных методов основное внимание уделяется фундаментальным теоретическим аспектам формирования и регистрации аналитического сигнала, лежащим в основе изучаемых физико-химических методов анализа. Отдельно рассматриваются вопросы сопоставительной эффективности изучаемых методов применительно к анализу различных объектов.

Место учебной дисциплины в системе подготовки специалиста с высшим образованием.

Учебная дисциплина относится к модулю «Аналитическая химия: Физико-химические методы» компонента учреждения высшего образования.

Содержание данной учебной дисциплины служит основой для последующего более детального рассмотрения теоретических вопросов химии в таких учебных дисциплинах, как «Физическая химия», «Электрохимия», «Современная аналитическая химия», а также в ряде специальных курсов и курсов по выбору студентов, предлагаемых кафедрой аналитической химии.

Требования к компетенциям

Освоение учебной дисциплины «Инструментальные и хроматографические методы анализа» должно обеспечить формирование следующих компетенций, предусмотренных учебными планами высшего образования первой ступени по специальностям 1-31 05-01 Химия (по направлениям), 1-31 05 02 Химия лекарственных соединений, 1-31 05 03 Химия высоких энергий и 1-31 05 04 Фундаментальная химия:

В результате изучения учебной дисциплины студент должен закрепить и развить следующие специализированные компетенции (СК), предусмотренные образовательным стандартом высшего образования первой ступени:

СК-3¹⁾, СК-6²⁾, СК-7³⁾. Выбирать с учетом теоретических представлений оптимальный и наиболее эффективный метод определения состава анализируемого объекта и осуществлять анализ с использованием физико-химических методов (хроматографических, оптических, спектроскопических, потенциометрических, электрохимических), включая пробоотбор, пробоподготовку, стадии разделения и концентрирования.

В результате освоения учебной дисциплины студент должен:

знать:

- теоретические основы генерирования и регистрации аналитического сигнала для соответствующих методов анализа;
- принцип действия и технические возможности основных типов соответствующего аналитического оборудования;
- характер научных и практических задач, решаемых с помощью различных физико-химических методов анализа;
- характер данных, получаемых с помощью этих методов;
- основные метрологические характеристики соответствующих методов;
- основные приемы пробоотбора и пробоподготовки различных реальных объектов для последующего инструментального анализа.

уметь:

- делать осознанный выбор адекватного метода анализа, с учетом особенностей аналита, анализируемого объекта и поставленной задачи;
- обращаться с представленными на лабораторном практикуме типами аналитического оборудования;
- проводить обработку и интерпретацию первичных экспериментальных данных, полученных с использованием изучаемых методов анализа.

владеть:

общей методологией и навыками проведения аналитических исследований на представленных в лабораторном практикуме типах электрохимического, фотометрического и хроматографического оборудования.

Структура учебной дисциплины

Дисциплина изучается в 4 семестре. Всего на изучение учебной дисциплины «Инструментальные и хроматографические методы анализа» отведено 220 часов, в том числе 134 аудиторных часа, общая трудоемкость 6 зачетных единиц.

Распределение трудоемкости следующее:

лекции – 60 часов, семинарские занятия - 18 часов, лабораторные занятия – 48 часов, аудиторный контроль управляемой самостоятельной работы – 8 часов.

Форма текущей аттестации – экзамен и зачет.

1

¹ Примечания: 1) – по специальности 1-31 05 02 «Химия лекарственных соединений»; 2) – по специальности 1-31 05 04 «Фундаментальная химия»; 3) – по специальности 1-31 05 03 «Химия высоких энергий».

СОДЕРЖАНИЕ УЧЕБНОГО МАТЕРИАЛА

Раздел 1. Введение в предмет.

Тема 1.1. Введение. Инструментальные и хроматографические методы анализа как важнейший раздел современной аналитической химии.

Инструментальные и хроматографические методы анализа как раздел современной аналитической химии: определение, этапы развития, классификация, решаемые задачи, место среди других методов анализа.

Основные проблемы современной аналитической химии: снижение предела обнаружения; повышение точности и избирательности; обеспечение экспрессности; создание методов неразрушающего анализа; локальный анализ; дистанционный анализ. Тенденции развития аналитической химии: инструментализация, автоматизация, математизация, миниатюризация, увеличение доли физических и биохимических методов, переход к многокомпонентному анализу, создание сенсоров и тест-методов.

Научная и учебно-методическая литература по инструментальным и хроматографическим методам анализа.

Раздел 2. Электрохимические методы анализа

Тема 2.1. Общая характеристика электрохимических методов анализа.

Основные термины и понятия

Дефиниция электрохимических методов анализа и их классификация. Потенциометрические, вольтамперометрические, кулонометрические, кондуктометрические, амперометрические методы анализа и другие электрохимические методы анализа. Основные типы электрохимических ячеек (электролитическая ячейка, гальванический элемент) и их использование в электрохимических методах анализа. Механизм возникновения межфазового потенциала на межфазовой границе электрод – раствор. Понятия индикаторного электрода и электрода сравнения. Водородная шкала электродных потенциалов. Равновесные и неравновесные электрохимические системы. Явления, возникающие при протекании тока (омическое падение напряжения, концентрационная и кинетическая поляризация). Поляризационные кривые и их использование в различных электрохимических методах.

Тема 2.2. Потенциометрический метод анализа. Прямая потенциометрия и потенциометрическое титрование

Сущность метода. Зависимость межфазового потенциала от активности ионов в растворе. Условие Гуггенгейма. Уравнение Нернста.

Э.д.с. гальванической ячейки как сумма межфазовых потенциалов. Правила знаков э.д.с. и электродных потенциалов. Техника измерения потенциала.

Основные типы немембранных индикаторных электродов, применяемых в прямой потенциометрии: ионно-металлические электроды, электроды

второго рода, окислительно-восстановительные, газовые. Механизм функционирования и важнейшие представители.

Ионоселективные (мембранные) электроды, их классификация по типам мембран: стеклянные электроды, электроды на основе труднорастворимых кристаллических осадков с гомогенными и гетерогенными мембранами, жидкостные и пленочные электроды на основе жидких ионообменников и нейтральных переносчиков; устройство и принципы функционирования; важнейшие представители. Основные характеристики ионоселективных электродов: наклон электродной функции, коэффициент селективности, концентрационные пределы функционирования, время отклика и факторы, их определяющие. Уравнения Никольского и Эйзенмана-Никольского.

Важнейшие электроды сравнения: принцип функционирования и конструктивные особенности. Диффузионный потенциал: причины возникновения и пути устранения. Формула Гендерсона.

Ионометрия и основные варианты ее применения: метод градуировочного графика, метод ограничивающих растворов, метод стандартного раствора, методы добавок; их сравнительная характеристика. Основные источники погрешностей метода прямой потенциометрии и пути их устранения.

Сложные устройства на основе ионоселективных электродов: газовые селективные электроды, ферментные электроды, ионоселективные полевые транзисторы. Проточный и проточно-инжекционный потенциометрический анализ. Примеры практического применения ионометрии.

Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования: метод касательных, методы первой и второй производных, метод Грана. Факторы, определяющие величину скачка потенциала. в кислотно-основном, комплексометрическом, осадительном и окислительно-восстановительном титровании. Использование реакций кислотно-основных, осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления. Примеры практического применения.

Сравнительная характеристика методов прямой потенциометрии и потенциометрического титрования.

Тема 2.3. Вольтамперометрические методы анализа

Общие принципы вольтамперометрии. Процессы, протекающие в электролитической ячейке с поляризующимся индикаторным электродом и неполяризующимся электродом сравнения. Требования к индикаторным электродам и электродам сравнения; важнейшие представители. Индикаторные электроды и классификация вольтамперометрических методов. Сравнительная характеристика ртутного каплюющего электрода и твердых микроэлектродов. Трехэлектродные ячейки.

Классическая полярография. Схема полярографической ячейки и процессы, в ней протекающие. Полярографическая волна и характеристики ее отдельных участков. Конденсаторный, миграционный, диффузионный токи. Предельный диффузионный ток. Уравнение Ильковича.

Уравнение обратимой полярографической волны Ильковича - Гейровского. Потенциал полуволны и факторы, его определяющие. Полярографические максимумы: причины возникновения, способы устранения, возможности применения для определения поверхностно-активных веществ. Составляющие полярографического фона и их роль в проведении полярографического анализа.

Количественный и качественный полярографический анализ с использованием ртутного капающего электрода: возможности и ограничения. Примеры практического применения.

Современные разновидности вольтамперометрии. Способы улучшения соотношения фарадеевского и емкостного токов: временная и фазовая селекция аналитического сигнала. Переменно-токовая полярография: синусоидальная и квадратно-волновая. Импульсная полярография: нормальная и дифференциальная. Полярография с быстрой линейной разверткой потенциала (осциллографическая). Циклическая вольтамперометрия. Инверсионная анодная полярография с накоплением.

Вольтамперометрия с использованием твердых микроэлектродов. Катодная инверсионная вольтамперометрия. Вольтамперометрия с использованием химически модифицированных электродов. Адсорбционная инверсионная вольтамперометрия.

Примеры практического применения. Сравнительная характеристика вольтамперометрических методов с использованием ртутного капающего и твердых микроэлектродов.

Тема 2.4. Другие электрохимические методы анализа

Амперометрическое титрование. Сущность метода. Индикаторные электроды. Выбор потенциала индикаторного электрода. Амперометрическое титрование с одним и двумя поляризованными электродами. Виды кривых титрования. Примеры практического применения.

Кондуктометрия. Принципы кондуктометрии: удельная и эквивалентная электропроводность; уравнение Кольрауша и предельная эквивалентная электропроводность солей и ионов; схема установки. Прямая кондуктометрия и кондуктометрическое титрование. Применение для контроля качества чистой воды, солености почв, в ионной хроматографии.

Кулонометрия. Теоретические основы. Закон Фарадея. Способы определения количества электричества: электронные и химические интеграторы. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование. Кулонометрия при постоянном токе и постоянном потенциале. Внешняя и внутренняя генерация

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

Электрогравиметрия. Сущность и общая характеристика электрогравиметрических методов. Практическое применение.

Капиллярный электрофорез. Схема установки, понятия электроосмотического потока и электрофоретической подвижности; принципы разделения веществ по заряду и размеру.

Сравнительная характеристика чувствительности и избирательности, областей применения электрохимических методов.

Раздел 3. Методы, основанные на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом

Тема 3.1. Сущность спектроскопических методов, классификация, основные термины и понятия

Характеристики электромагнитной волны. Спектр электромагнитного излучения (энергия, способы ее выражения; термины, символы и единицы энергии излучения; диапазоны излучения, типы энергетических переходов). Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмиссия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеяние. Классификация спектроскопических методов по энергии. Классификация спектроскопических методов на основе спектра электромагнитного излучения (атомная, молекулярная, абсорбционная, эмиссионная спектроскопия).

Спектральные термы и электронные спектры атомов. Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы. Правила отбора. Законы испускания и поглощения. Вероятности электронных переходов и времена жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, естественная ширина.

Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Представление о полной энергии молекул как сумме электронной, колебательной и вращательной энергий.

Тема 3.2. Методы атомной спектроскопии

Атомно-эмиссионный метод анализа. Спектры испускания. Принцип метода. История создания. Методы атомизации и возбуждения. Пламенный вариант метода. Другие методы возбуждения (дуговые, искровые, лазерные, пламенные) и их основные характеристики. Процессы, протекающие при возбуждении, и его механизм. Методы регистрации аналитического сигнала (спектрометрия, спектрография). Пламенные фотометры и спектрофотометры. Спектрофотометры с регистрацией полного спектра испускания. Диодная линейка.

Спектральные и физико-химические помехи и способы их устранения. Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого соединения. Уравнение Ломакина-Шайбе. Качественный и полуколичественный атомно-эмиссионный анализ. Количественный атомно-эмиссионный анализ. Определяемые элементы и области применения.

Атомно-абсорбционный метод. Закон поглощения электромагнитного излучения Бугера-Ламберта-Бера. Методы атомизации. Пламена, их составы и характеристики. Электротермическая атомизация в графитовой кювете – платформе Львова. Гидридный метод и метод холодного пара. Атомно-абсорбционные спектрофотометры. Эффекты Лоренца и Доплера и их значение для выбора источника излучения. Источники излучения: лампы Уолша, источники сплошного излучения с использованием дифракционной решетки и др. Излучение и поглощение фона и способы их устранения (модулирование, методы двух линий, дейтериевой лампы, Зеемана, Смита-Хифти).

Атомно-флуоресцентный метод. Принцип метода; особенности и значение метода (быстрый неразрушающий многоэлементный анализ); примеры использования.

Сравнительная метрологическая характеристика атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.

Тема 3.3. Методы молекулярной спектроскопии

Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия) в видимой и ближней УФ области. Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Связь оптической плотности с концентрацией. Закон светопоглощения Ламберта-Бугера-Бера. Отклонения от закона, их причины (химические; температура, эффекты, обусловленные растворителем, рассеяние света, монохроматизация излучения). Понятие об истинном и кажущемся молярном коэффициенте поглощения. Инструментальные погрешности; оптимальный интервал измеряемых значений оптической плотности.

Способы определения концентрации веществ. Измерение высоких, низких оптических плотностей (разностный метод). Анализ многокомпонентных систем (метод многоволновой спектрофотометрии Фирордта, дифференциальный метод). Фотометрическое титрование.

Методы получения поглощающих сред. Реакции комплексообразования с органическими и минеральными лигандами. Органические реагенты. Применение органических реакций для получения окрашенных соединений. Биохимический анализ в медицине. Применение экстракции для получения окрашенных соединений. Экстракционно-фотометрический анализ Катионные и анионные красители для получения окрашенных ионных ассоциатов. Другие типы реакций в молекулярно-абсорбционном анализе. Понятие контрастности фотометрических реакций.

Примеры практического применения метода. Применение метода для исследования реакций (комплексообразования, протолитических, агрегации), сопровождающихся изменением спектров поглощения.

Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Общая классификация молекулярной люминесценции (хемилюминесценция, биолюминесценция, электролюминесценция, фотолюминесценция). Энергетические состояния молекулы. Диаграмма Яблонского. Флуоресценция и фосфоресценция. Основные законы флуоресценции: закон Стокса-Ломмеля; правило Лёвшина; правило Каши; закон Вавилова; закон затухания. Качественный флуоресцентный анализ. Спектры испускания и возбуждения. Спектры синхронной люминесценции. Трёхмерные спектры и «отпечатки пальцев». Квазилинейчатые спектры молекул (эффект Шпольского).

Сравнение возможностей молекулярной абсорбционной и люминесцентной (собственная люминесценция) спектроскопии при определении неорганических соединений. Преимущества люминесцентной спектроскопии при идентификации и определении органических соединений.

Инфракрасная (ИК) спектроскопия и спектроскопия комбинационного рассеяния (КР). Теоретические и методические основы ИК спектроскопии. Скелетные и характеристические колебания в анализе органических веществ. Идентификация органических соединений методом ИК спектроскопии.

Рассеяние излучения. Стоксовы и антистоксовы линии. Практическое применение метода спектроскопии КР. Место и роль спектроскопических методов в аналитической химии и химическом анализе.

Другие оптические методы анализа. Нефелометрический и турбидиметрический методы: теоретические основы, приборное оформление, основные объекты анализа, сравнительная характеристика. Рефрактометрия. Поляриметрия.

Раздел 4. Методы анализа, основанные на радиоактивности

Тема 4.1. Методы, основанные на собственной радиоактивности. Метод изотопного разбавления. Активационные методы анализа

Типы радиоактивного распада и радиоактивного излучения. Закон радиоактивного распада: основные количественные соотношения.

Прямая радиометрия (определение по собственной радиоактивности): калий, цезий, стронций и др. Радиоуглеродное датирование; уран-свинцовый метод; калий-аргоновый метод.

Метод изотопного разбавления (обычный и субстехиометрический варианты).

Активационные методы: нейтронно-активационный анализ; гамма-активационный анализ.

Раздел 5. Анализ реальных объектов

Тема 5.1. Основные объекты анализа

Биологические и медицинские объекты. Аналитические задачи в этой области. Санитарно-гигиенический контроль.

Объекты окружающей среды: воздух, природные и сточные воды, почвы, донные отложения. Характерные особенности и задачи их анализа.

Сельскохозяйственные объекты: продукция растениеводства и животноводства, почвы, минеральные удобрения и пестициды, корма. Ветеринарный биохимический анализ.

Промышленные объекты. Металлы, сплавы и другие продукты металлургической промышленности. Вещества особой чистоты (в том числе полупроводниковые материалы и др.). Растворы, рассолы, электролиты. Природные и синтетические органические вещества и элементоорганические соединения, полимеры. Нефтехимия. Анализ сырья и готовой продукции. Мониторинг технологических процессов.

Атомные материалы. Определение тория, урана, плутония, трансплутониевых элементов и некоторых продуктов деления

Геологические объекты. Анализ силикатов, карбонатов, железных, никель-кобальтовых руд, полиметаллических руд.

Специальные объекты анализа: токсичные и радиоактивные вещества, токсины в пищевых продуктах, наркотики, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, газы, космические объекты.

Тема 5.2. Стратегия выбора оптимального метода и методики при анализе реальных объектов

Выбор оптимального метода и методики, обеспечивающих необходимые метрологические и экономические показатели, чувствительность, селективность, точность (воспроизводимость и правильность), стоимость и быстроту выполнения анализа с учетом типа анализируемого объекта (ориентировочное содержание аналита, матричный состав, размер образца, степень гомогенности, агрегатное состояние, необходимость пробоподготовки), а также наличия стандартных методик, доступности оборудования и наличия опыта работы.

Отбор генеральной пробы с учетом типа, размера, степени гомогенности, агрегатного состояния анализируемого объекта; отбор лабораторной пробы; отбор анализируемой пробы; консервирование; растворение (озоление, минерализация); маскирование или отделение примесей; концентрирование; дериватизация определяемого компонента; создание нужных условий (рН, реагенты).

Скрининг проб. Унификация методик. Использование обобщенных показателей. Биологические методы анализа. Использование хемометрических

подходов. Распознавание образов. Метод главных компонент. Электронный нос и электронный язык.

Сопоставительная характеристика различных инструментальных методов анализа.

Раздел 6. Хроматографические методы анализа

Тема 6.1. Основные термины и понятия в области хроматографического анализа

Предмет, задачи и проблемы современной хроматографии и ее роль в анализе состава различных объектов.

История возникновения и развития. Классификация методов.

Тема 6.2. Устройство газового хроматографа. Газы-носители. Устройства ввода проб. Автоматизированная пробоподготовка.

Принципиальная схема газового хроматографа.

Газы-носители, требования, достоинства, недостатки. Характеристики основных газов-носителей. Регулирование давления, очистка газов.

Устройства для ввода проб газов, жидкостей, твердых веществ. Испарители с делением и без деления потока, испаритель с программированием температуры. Дискриминация пиков.

Автоматизированная пробоподготовка в газовой хроматографии. Ввод равновесной паровой фазы. Твердофазная микроэкстракция. Микроэкстракция одной каплей. Термодесорбция. Пиролитическая приставка.

Тема 6.3. Колонки для газовой хроматографии. Теоретическое описание процесса хроматографического разделения смесей веществ. Оптимизация условия разделения.

Классификация хроматографических колонок. Требования к материалу хроматографической колонки. Насадочные и капиллярные хроматографические колонки. Природа неподвижной фазы. Дезактивация. Длина колонок. Внутренний диаметр колонок. Толщина неподвижной фазы.

Характеристика свойств неподвижных жидких фаз. Температурные пределы использования. Важнейшие неподвижные жидкие фазы.

Важнейшие адсорбенты и характеристика их свойств. Приложение теории адсорбции к газовой хроматографии.

Основные преимущества и недостатки методов газо-адсорбционной и газо-жидкостной хроматографии.

Особенности практического применения методов газо-адсорбционной и газо-жидкостной хроматографии для анализа различных объектов.

Теория теоретических тарелок Мартина. Диффузионная теория Ван-Демтера.

Обработка результатов процесса хроматографического разделения. Основные уравнения теории удерживания в хроматографии.

Основные факторы размывания хроматографических зон разделяемых соединений.

Оценка параметров эффективности и селективности хроматографической колонки. Коэффициент емкости хроматографической колонки по отношению к разделяемым соединениям и его влияние на параметры разделения. Число теоретических тарелок, степень разделения, параметр разрешения хроматографических зон разделяемых соединений.

Влияние скорости потока газа-носителя на эффективность функционирования хроматографической насадочной и капиллярной колонки. Уравнение Ван-Деемтера и уравнение Голя.

Влияние количества неподвижной жидкой фазы на эффективность разделения.

Влияние температуры процесса разделения на параметры газа-носителя, параметры удерживания и степень размывания хроматографических зон разделяемых соединений.

Разделение с программированием температуры.

Тема 6.4. Детекторы в газовой хроматографии.

Детекторы в газовой хроматографии. Назначение, основные характеристики: чувствительность, предел детектирования, линейность, селективность. Концентрационные и потоковые детекторы. Разрушающие и неразрушающие. Шум и дрейф.

Особенности устройства и функционирования детектора по теплопроводности. Катарометрический детектор. Основные механизмы тепловых потерь. Режимы функционирования (снятия сигнала). Схема моста Уитстона. Оптимизация работы. Термисторный детектор. Характеристики детекторов по теплопроводности. Применение.

Особенности устройства, функционирования и области применения пламенно-ионизационного детектора, термоионного детектора, детектора электронного захвата, ионизационно-резонансного детектора.

Тема 6.5. Устройство жидкостного хроматографа. Основные экспериментальные методы жидкостной колоночной хроматографии

Устройство жидкостного хроматографа.

Фронтальный метод анализа.

Вытеснительный метод анализа.

Элюентный метод анализа: метод изократического и градиентного элюирования.

Хроматография с прямыми и обращенными фазами.

Высокоэффективная и ультраэффективная жидкостная хроматография.

Особенности практического применения метода для анализа различных объектов.

Тема 6.6. Колонки для жидкостной хроматографии и подвижная фаза. Характеристика хроматографических свойств разделяемых соединений.

Неподвижная фаза и колонки для жидкостной хроматографии Классификация сорбентов по их способности к различным типам межмолекулярных взаимодействий. Важнейшие сорбенты и характеристика их свойств.

Эффективность классических насадочных хроматографических колонок. Выбор типа хроматографической колонки. Приготовление хроматографической колонки. Приготовление сорбентов. Основные методы пропитки. Сорбенты с химически связанной неподвижной фазой. Ввод анализируемой пробы в колонку.

Требования к подвижным растворителям.

Элюирующая сила подвижных растворителей. Элюотропные ряды. Селективность подвижных растворителей.

Специфические модификаторы.

Очистка и дегазация подвижных растворителей.

Особенности работы с водными подвижными растворителями.

Основы рационального выбора подвижного растворителя для оптимального разделения.

Количественные характеристики степени полярности и гидрофобности разделяемых соединений.

Количественные характеристики растворимости разделяемых соединений в подвижных растворителях.

Характеристика способности разделяемых соединений к различным типам межмолекулярных взаимодействий.

Тема 6.7. Качественный и количественный хроматографический анализ.

Идентификация разделяемых соединений по величинам удерживания. Идентификация разделяемых соединений по инкрементам групп. Идентификация разделяемых соединений по индексам удерживания Ковача.

Использование корреляционных зависимостей.

Идентификация по эталонным веществам (растворам стандартных веществ). Метод добавок.

Использование спектральных детекторов для идентификации пиков. «Чистота» пика. Аналитическая реакционная хроматография, дериватизация.

Основные факторы, влияющие на изменение параметров удерживания разделяемых соединений и возможные пути их устранения.

Параметры хроматографического пика как характеристика количественного содержания вещества.

Высота хроматографического пика как параметр для установления количественного содержания.

Площадь регистрируемой хроматографической зоны как параметр для установления количественного содержания исследуемого соединения.

Шум и дрейф. Отношение сигнал шум как ключевой аналитический сигнал. Предел обнаружения и определения.

Метод градуировочного графика, статистическая информация о характере линии регрессии. Метод внутреннего эталона, метод добавок, метод нормировки.

Тема 6.8. Устройство насосов и автосэмплеров для жидкостной хроматографии.

Насосы для ВЭЖХ. Однопоршневые насосы. Двухпоршневые возвратно-поступательные и аккумуляторные (накопительные) насосы. Изократические и градиентные насосы. Четвертичные, третичные и бинарные насосы, их преимущества и недостатки. Обратные клапаны. Поршни (плунжеры). Диафрагменные и спиральные (катушечные) демпферы пульсаций. Клапаны промывки. Встроенные в поток (инлайн) фильтры.

Промывочные градиенты. Объем и время системной (градиентной) задержки.

Препаративные насосы. Капиллярные насосные системы (малого объема).

Ручной ввод пробы. Устройство и принцип работы инъекционных клапанов. Полное и частичное заполнение петли при ручном вводе пробы.

Автосэмплеры. Автосэмплеры, всасывающие образец для заполнения петли Pull-to-fill. Автосэмплеры нагнетательного типа (Push-to-fill). Автосэмплеры с интегрированной петлей, или с потоком через иглу. Загрязнение автосэмплера. Перенос пробы. Загрязнение системы. Загрязнение образца.

Тема 6.9. Детекторы в жидкостной хроматографии

Детекторы в жидкостной хроматографии. Назначение, основные характеристики: чувствительность, предел детектирования, линейность, селективность. Концентрационные и потоковые детекторы. Разрушающие и неразрушающие. Шум и дрейф.

Особенности устройства, функционирования и области применения фотометрических детекторов: с набором светофильтров на несколько длин волн, одноволновой и многоволновой детекторы, мультиволновой фото-диодно-матричный детектор. Особенности устройства, функционирования и области

применения ИК-детектора, детектора по электропроводности, флуоресцентного детектора, рефрактометрического детектора, детектора по теплоте сорбции, электрохимических детекторов, детекторов транспортного типа, вискозиметрического детектора, испарительного детектора светорассеяния.

Тема 6.10. Планарная хроматография

Тонкослойная хроматография. Подложки для сорбента. Способы нанесения слоев. Основные механизмы разделения. Характеристики и применение наиболее распространенных сорбентов: силикагель, оксид алюминия, флорисил, модифицированные силикагели, целлюлоза. Двухфазные пластинки. Подготовка пластинок. Определение степени активности оксида алюминия. Методы детектирования в ТСХ: физические, химические, микробиологические и биохимические. Идентификация компонентов. Методы количественного анализа: непосредственно на хроматографической пластинке и с переносом хроматографической зоны с пластинки. Денситометрия. Радиоденситометрия. Видеоденситометрия. Основные достоинства и недостатки ТСХ.

Одномерные и многомерные варианты разделения в ТСХ. Одноступенчатые и многоступенчатые варианты разделения в ТСХ. Варианты направления движения элюента. Подвижные фазы для адсорбционной и распределительной ТСХ.

Хроматография на бумаге. Классификация бумаги для хроматографии. Варианты распределительной хроматографии. Способы гидрофобизации бумаги. Требования к жидким фазам. Варианты направления движения подвижной фазы. Качественный и количественный анализ.

Методика получения хроматограмм. Относительная подвижность хроматографической зоны (коэффициент R_f). Расчет числа теоретических тарелок и высоты, эквивалентной теоретической тарелке. Степень разделения компонентов. Селективность разделения. Требования к процессу проведения хроматографирования.

Тема 6.11. Масс-спектрометрические детекторы

Понятие масс-спектрометрии. Масс-спектр. Определения массы: номинальная, средняя, моноизотопная массы. Изотопное распространение. Основные узлы масс-спектрометрических систем.

Ионные источники и способы ионизации. Ионизация, применительная к газовой хроматографии. Способы ионизации в вакууме: ионизация электронным ударом, химическая ионизация. Ионизация при атмосферном давлении, механизмы ионизации.

Ионизация, применительная к жидкостной хроматографии. Ионизация электроспреем. Образование ионов при электрораспылении. Образцы, анализируемые в режиме электроспрея. Распознавание многозарядных ионов. Химическая ионизация при атмосферном давлении. Юниспрей. Фотоионизация при атмосферном давлении.

МС с прямой ионизацией: Зонд для анализа твердых частиц при атмосферном давлении (ASAP), прямой анализ в реальном времени (DART), DESI, MALDI.

Устройство ионных источников: вакуумные источники, источники с ионизацией при атмосферном давлении.

Масс-анализаторы: квадрупольные (одиночный, тройной), магнитный секторный, времяпролетные, ионные ловушки, гибридные системы.

Принцип работы и режимы регистрации ионов одиночных квадрупольных, тройных квадрупольных, времяпролетных масс-анализаторов, ионных ловушек (линейных, орбитальных). Разрешение масс-спектрометра.

Распространенные типы детекторов ионов: электронные и фотоумножители.

Спектрометрия ионной подвижности. Типы спектрометрии ионной подвижной (в дрейфовой трубке, типа бегущей волны, полевой асимметричной ионной подвижности, дифференциальной подвижности. Понятие поперечного сечения столкновения. Масс-спектрометрическая визуализация, принцип, используемые методы, применение.

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКАЯ КАРТА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ

Дневная форма получения образования

Номер раздела, темы	Название раздела, темы	Количество аудиторных часов				Форма контроля знаний
		Лекции	Семинарские занятия	Лабораторные занятия	Аудиторный контроль УСР	
1	2	3	4	5	6	7
1	Раздел 1. Введение в предмет.					
1.1	Введение. Инструментальные и хроматографические методы анализа как важнейший раздел современной аналитической химии.	2				собеседование
2	Раздел 2. Электрохимические методы анализа					
2.1	Общая характеристика электрохимических методов анализа. Основные термины и понятия	2	1			устные ответы
2.2	Потенциометрический метод анализа. Прямая потенциометрия и потенциометрическое титрование	8	4	18	2	устные ответы, отчеты по лабораторным работам, контрольная работа
2.3	Вольтамперометрические методы анализа	4	2		1	устные ответы, контрольная работа
2.4	Другие электрохимические методы анализа	4	1		1	устные ответы, контрольная работа
3	Раздел 3. Методы, основанные на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом					
3.1	Сущность спектроскопических методов, классификация, основные термины и понятия	2	1			устные ответы
3.2	Методы атомной спектроскопии	4	1	12	1	устные ответы, отчеты по лабораторным работам, контрольная работа

1	2	3	4	5	6	7
3.3	Методы молекулярной спектроскопии	8	3	12	1	устные ответы, отчеты по лабораторным работам, контрольная работа
4	Раздел 4. Методы анализа, основанные на радиоактивности					
4.1	Методы, основанные на собственной радиоактивности. Метод изотопного разбавления. Активационные методы анализа	2	1			устные ответы
5	Раздел 5. Анализ реальных объектов					
5.1	Основные объекты анализа	1				собеседование
5.2	Стратегия выбора оптимального метода и методики при анализе реальных объектов	1				собеседование
6.	Раздел 6. Газовая хроматография					
6.1	Основные термины и понятия в области хроматографического анализа	1				собеседование
6.2	Устройство газового хроматографа. Газы-носители. Устройства ввода проб. Автоматизированная пробоподготовка.	2				коллоквиум
6.3	Колонки для газовой хроматографии. Теоретическое описание процесса хроматографического разделения смесей веществ. Оптимизация условия разделения.	6	1		1	устные ответы, контрольная работа
6.4	Детекторы в газовой хроматографии.	3	1			устные ответы
6.5	Устройство жидкостного хроматографа. Основные экспериментальные методы жидкостной колоночной хроматографии.	1				коллоквиум
6.6	Колонки для жидкостной хроматографии и подвижная фаза. Характеристика хроматографических свойств разделяемых соединений.	2	1		1	устные ответы, контрольная работа

1	2	3	4	5	6	7
6.7	Качественный и количественный хроматографический анализ.	2		6		защита отчета по лабораторной работе
6.8	Устройство насосов и автосэмплеров для жидкостной хроматографии.	1				коллоквиум
6.9	Детекторы в жидкостной хроматографии	1	1			устные ответы
6.10	Планарная хроматография	1				собеседование
6.11	Масс-спектрометрические детекторы	2				коллоквиум

ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Перечень основной литературы

1. Основы аналитической химии : учебник для студ. вузов : в 2 т. Т. 1 / под ред. Ю. А. Золотова. - 6-е изд., перераб. и доп. - Москва : Академия, 2014.- 391 с.
2. Основы аналитической химии : учебник для студ. вузов: в 2 т. Т. 2 / под ред. Ю. А. Золотова. - 6-е изд., перераб. и доп. - Москва : Академия, 2014. - 410 с.
3. Аналитическая химия. Методы разделения веществ и гибридные методы анализа: учебник / под ред. Л. Н. Москвина. – СПб.: Издательство «Лань», 2019. – 332 с.
4. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ: учебник / под ред. Л. Н. Москвина. – СПб.: Издательство «Лань», 2019. – 584 с.
5. Методы и достижения современной аналитической химии: учебник для вузов / Г. К. Будников, В. И. Вершинин, Г. А. Евтюгин [и др.] ; под редакцией В. И. Вершинина. – 2-е изд., стер. – Санкт-Петербург : Лань, 2021. – 588 с.
6. Аналитическая газовая хроматография : учеб.-метод. пособие : [для студ. хим. фак. спец. 1-31 05 01 "Химия" (по напр.)] / В. А. Винарский, Р. А. Юрченко, А. Г. Бузук. - Минск : Колорград, 2017. - 297 с.
7. Крешков, Анатолий Павлович. Основы аналитической химии: [в 3 кн.]. [Кн.] 3 : Физические и физико-химические (инструментальные) методы анализа. / А. П. Крешков. - Изд. 2-е, перераб., стер. - Москва : Альянс, 2020.- 488 с.
8. Жебентяев, Александр Ильич. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа : учеб. пособие / А. И. Жебентяев. - Минск : Новое знание ; Москва : ИНФРА-М, 2017. - 205 с.
9. Жебентяев, Александр Ильич. Аналитическая химия. Инструментальные методы анализа : учебное пособие / А. И. Жебентяев, А. К. Жерносек, И. Е.Талуть. - Минск : Новое знание, 2021. - 360 с.
10. Тонкослойная хроматография в анализе наркотических и допинговых средств : пособие для студ. химического фак. спец. 1-31 05 01 "Химия" (по напр.) / В. А. Винарский, Р. А. Юрченко, А. Г. Бузук. - Минск : Колорград, 2016. - 203 с.
11. Винарский, Владимир Афанасьевич. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектральный анализ : пособие для студ. вузов, обуч. по спец. 1-31 05 01 "Химия (по направлениям)" / В. А. Винарский, Р. А. Юрченко ; БГУ. - Минск : БГУ, 2013. - 135 с.

Перечень дополнительной литературы

1. Отто, Маттиас. Современные методы аналитической химии : [учебник] / М. Отто : пер. с нем. [А. А. Курганова]. - 5-е изд. - Москва : Техносфера, 2021. - 653 с.
2. Беккер Ю. Спектроскопия/ Ю. Бёккер - М.: Техносфера, 2009. – 527 с.
3. Вершинин, Вячеслав Исаакович. Аналитическая химия : учебник / В. И. Вершинин, И. В. Власова, И. А. Никифорова. - Изд. 3-е, стер. - Санкт-Петербург ; Москва ; Краснодар : Лань, 2019. - 427 с.
4. Аналитическая химия. В 3 т. Т 2. Инструментальные методы анализа. Часть 1 / под ред. проф. А. А. Ищенко. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2020. – 472 с. (Т. 2).
5. Аналитическая химия. В 3 т. Т 3. Инструментальные методы анализа. Часть 2 / под ред. проф. А. А. Ищенко. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2020. – 504 с. (Т. 3).
6. Кристиан Г. Аналитическая химия. В 2-х т. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. 623, 504 с.
7. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы : учебное пособие / [авт. коллектив: Н. В. Алов и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова, Т. Н. Шеховцовой, К. В. Осколка. - 3-е изд., испр. и доп. - Москва : Лаборатория Знаний, 2020. - 413 с.
8. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т. Т. 1 : учеб. для студ. учреждений высш. проф. образования / [Ю. М. Глубоков и др.] ; под ред. А. А. Ищенко. – М. : Издательский центр «Академия», 2010. – 352 с.
9. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т. Т. 2 : учеб. для студ. учреждений высш. проф. образования / [Н. В. Алов и др.] ; под ред. А. А. Ищенко. – М. : Издательский центр «Академия», 2010. – 416 с.
10. Новак И. Количественный анализ методом газовой хроматографии. - М.: Мир, 1978. – 187 с.
11. Винарский, В. А. Задачи по газовой хроматографии : пособие для студ. хим. фак. спец. 1-31 05 01-01 и 1-31 05 01-02 01 "Аналитическая химия" / В. А. Винарский, Л. В. Юрченко. - Минск : БГУ, 2006. - 72 с.
12. Березкин, В.Г. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. - М.: Знание, 1987. – 218 с.
13. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза. - М., Техносфера, 2009. – 470 с.

14. Винарский В.А. Хроматография. Курс лекций. В 2 частях. Ч. 1. Газовая хроматография. - Минск, БГУ. 2002. – 192 с.
15. Винарский В.А., Юрченко Р.А. Хроматография. В 2 частях. Часть 2. Жидкостная хроматография. - Минск, БГУ, 2008. – 163 с.
16. Гиошон Ж., Гийемен К. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля. - М.: Мир, 1991. - 315с.
17. Сычев К.С. Практическое руководство по жидкостной хроматографии. М., Техносфера, 2010.

Перечень рекомендуемых средств диагностики и методика формирования итоговой отметки

Учебными планами по специальностям 1-31 05 01 Химия (по направлениям), 1-31 05 02 Химия лекарственных соединений, 1-31 05 03 Химия высоких энергий и 1-31 05 04 Фундаментальная химия изучение учебной дисциплины «Инструментальные и хроматографические методы анализа» предусмотрено в 4 семестре и в качестве формы итогового контроля по учебной дисциплине рекомендованы зачет и экзамен.

Для текущего оценки достижений и контроля качества усвоения знаний студентами используется следующий диагностический инструментарий:

- устный опрос;
- письменные контрольные работы по отдельным темам и учебной дисциплине в целом;
- защита выполненных на занятиях индивидуальных лабораторных работ;
- проведение коллоквиума;
- собеседование по отдельным темам.

При формировании итоговой отметки используется рейтинговая система оценка знаний студента, дающая возможность проследить и оценить динамику процесса достижения целей обучения.

Составляющие рейтинговой отметки:

- плановые контрольные работы – до 30 баллов за одну работу;
- семинарские занятия – до 10 баллов за одно занятие;
- коллоквиум, собеседование – до 10 баллов по теме;
- выполнение лабораторных работ и защита отчетов – до 10 баллов за одну работу.

Примерные весовые коэффициенты, определяющие вклад текущего контроля знаний и текущей аттестации в итоговую отметку:

- Формирование отметки за текущую успеваемость:
 - ответы на практических занятиях – 25 %;

- выполнение и защита лабораторных работ – 25 %;
- выполнение контрольных работ, коллоквиумы – 50 %;

Максимальная рейтинговая отметка в баллах за семестр переводится в 10-балльную оценку. Итоговая отметка по дисциплине рассчитывается на основе отметки текущей успеваемости и экзаменационной отметки с учетом их весовых коэффициентов. Весовой коэффициент отметки по текущей успеваемости составляет 0,3, экзаменационной отметки – 0,7.

Примерный перечень заданий для управляемой самостоятельной работы студентов

Тема 2.2. Потенциометрический метод анализа. Прямая потенциметрия и потенциометрическое титрование (2 часа)

Зависимость межфазового потенциала от активности ионов в растворе. Условие Гуггенгейма. Уравнение Нернста. Э.д.с. гальванической ячейки как сумма межфазовых потенциалов. Правила знаков э.д.с. и электродных потенциалов.

Основные типы немембранных индикаторных электродов, применяемых в прямой потенциметрии. Ионоселективные (мембранные) электроды, их классификация по типам мембран.

Основные характеристики ионоселективных электродов: наклон электродной функции, коэффициент селективности, концентрационные пределы функционирования, время отклика и факторы, их определяющие. Уравнения Никольского и Эйзенмана-Никольского.

Важнейшие электроды сравнения: принцип функционирования и конструктивные особенности. Диффузионный потенциал: причины возникновения и пути устранения. Формула Гендерсона.

Ионометрия и основные варианты ее применения. Изменение электродного потенциала в процессе титрования. Способы обнаружения конечной точки титрования. Факторы, определяющие величину скачка потенциала. в кислотно-основном, комплексометрическом, осадительном и окислительно-восстановительном титровании.

Повторить основные понятия, фундаментальные уравнения и способы решения типовых расчетных задач.

(Форма контроля – контрольная работа).

Тема 2.3. Вольтамперометрические методы анализа (1 час)

Процессы, протекающие в электролитической ячейке с поляризующимся индикаторным электродом и неполяризующимся электродом сравнения. Требования к индикаторным электродам и электродам сравнения; важнейшие представители

Классическая полярография. Схема полярографической ячейки и процессы, в ней протекающие. Полярографическая волна и характеристики ее отдельных участков. Пределный диффузионный ток. Уравнение Ильковича.

Уравнение обратимой полярографической волны Ильковича - Гейровского. Потенциал полуволны и факторы, его определяющие. Составляющие полярографического фона и их роль в проведении полярографического анализа.

Современные разновидности вольтамперометрии. Способы улучшения соотношения фарадеевского и емкостного токов: временная и фазовая селекция аналитического сигнала. Вольтамперометрия с использованием твердых микроэлектродов. Катодная инверсионная вольтамперометрия.

Повторить основные понятия, фундаментальные уравнения и способы решения типовых расчетных задач.

(Форма контроля – контрольная работа).

Тема 2.4. Другие электрохимические методы анализа (1 час)

Сущность метода амперометрического титрования. Виды кривых титрования. Примеры практического применения.

Принципы кондуктометрии и практическое применение.

Теоретические основы кулонометрии. Способы определения количества электричества. Прямая кулонометрия и кулонометрическое титрование. Примеры практического применения.

Сущность и общая характеристика электрогравиметрических методов. Практическое применение.

Капиллярный электрофорез. Схема установки, понятия электроосмотического потока и электрофоретической подвижности; принципы разделения веществ по заряду и размеру.

Сравнительная характеристика чувствительности и избирательности, областей применения электрохимических методов.

Повторить основные понятия, фундаментальные уравнения и способы решения типовых расчетных задач.

(Форма контроля – контрольная работа).

Тема 3.2. Методы атомной спектроскопии (1 час)

Принцип атомно-эмиссионного метода анализа. Спектры испускания. Методы атомизации и возбуждения. Пламенный и электротермические варианты метода.

Спектральные и физико-химические помехи и способы их устранения. Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого соединения. Уравнение Ломакина-Шайбе. Качественный и полуколичественный атомно-эмиссионный анализ.

Атомно-абсорбционный метод. Закон поглощения электромагнитного излучения Бугера-Ламберта-Бера. Методы атомизации. Естественная и реальная ширина спектральной линии. Источники излучения: лампы Уолша, источники сплошного излучения с использованием дифракционной решетки. Пламенный и электротермический методы атомизации. Гидридный метод и метод холодного пара. Излучение и поглощение фона и способы их устранения

Сравнительная метрологическая характеристика атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.

Повторить основные понятия, фундаментальные уравнения и способы решения типовых расчетных задач. (Форма контроля – контрольная работа).

Тема 3.3. Методы молекулярной спектроскопии (1 час)

Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия) в видимой и ближней УФ области. Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Связь оптической плотности с концентрацией. Причины отклонений от закона Ламберта-Бугера-Бера. Оптимальный интервал измеряемых значений оптической плотности. Разностная и дифференциальная спектрофотометрия.

Методы получения поглощающих сред: реакции комплексообразования, окисления-восстановления, экстракционно-фотометрический анализ. Понятие контрастности фотометрических реакций.

Примеры практического применения метода.

Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Энергетические состояния молекулы. Диаграмма Яблонского. Флуоресценция и фосфоресценция. Основные законы флуоресценции. Спектры испускания и возбуждения. Спектры синхронной люминесценции. Трехмерные спектры и «отпечатки пальцев».

Инфракрасная (ИК) спектроскопия и спектроскопия комбинационного рассеяния (КР). Скелетные и характеристические колебания в анализе органических веществ. Идентификация органических соединений методом ИК спектроскопии.

Повторить основные понятия, фундаментальные уравнения и способы решения типовых расчетных задач.

(Форма контроля – контрольная работа).

Тема 6.3. Колонки для газовой хроматографии. Теоретическое описание процесса хроматографического разделения смесей веществ. Оптимизация условия разделения (1 час)

Классификация хроматографических колонок. Требования к материалу хроматографической колонки. Насадочные и капиллярные хроматографические колонки. Природа неподвижной фазы. Дезактивация. Длина колонок. Внутренний диаметр колонок. Толщина неподвижной фазы.

Характеристика свойств неподвижных жидких фаз. Температурные пределы использования. Важнейшие неподвижные жидкие фазы.

Важнейшие адсорбенты и характеристика их свойств. Приложение теории адсорбции к газовой хроматографии.

Основные преимущества и недостатки методов газо-адсорбционной и газо-жидкостной хроматографии.

Особенности практического применения методов газо-адсорбционной и газо-жидкостной хроматографии для анализа различных объектов.

Теория теоретических тарелок Мартина. Диффузионная теория Ван-Демтера.

Обработка результатов процесса хроматографического разделения. Основные уравнения теории удерживания в хроматографии.

Основные факторы размывания хроматографических зон разделяемых соединений.

Оценка параметров эффективности и селективности хроматографической колонки. Коэффициент емкости хроматографической колонки по отношению к разделяемым соединениям и его влияние на параметры разделения. Число теоретических тарелок, степень разделения, параметр разрешения хроматографических зон разделяемых соединений.

Влияние скорости потока газа-носителя на эффективность функционирования хроматографической насадочной и капиллярной колонки. Уравнение Ван-Демтера и уравнение Голя.

Влияние количества неподвижной жидкой фазы на эффективность разделения.

Влияние температуры процесса разделения на параметры газа-носителя, параметры удерживания и степень размывания хроматографических зон разделяемых соединений.

Разделение с программированием температуры. (Форма контроля – контрольная работа).

Тема 6.6. Колонки для жидкостной хроматографии и подвижная фаза. Характеристика хроматографических свойств разделяемых соединений (1 час)

Неподвижная фаза и колонки для жидкостной хроматографии Классификация сорбентов по их способности к различным типам межмолекулярных взаимодействий. Важнейшие сорбенты и характеристика их свойств.

Эффективность классических насадочных хроматографических колонок. Выбор типа хроматографической колонки. Приготовление хроматографической колонки. Приготовление сорбентов. Основные методы пропитки. Сорбенты с химически связанной неподвижной фазой. Ввод анализируемой пробы в колонку.

Требования к подвижным растворителям.

Элюирующая сила подвижных растворителей. Элюотропные ряды.

Селективность подвижных растворителей.

Специфические модификаторы.

Очистка и дегазация подвижных растворителей.

Особенности работы с водными подвижными растворителями.

Основы рационального выбора подвижного растворителя для оптимального разделения.

Количественные характеристики степени полярности и гидрофобности разделяемых соединений.

Количественные характеристики растворимости разделяемых соединений в подвижных растворителях.

Характеристика способности разделяемых соединений к различным типам межмолекулярных взаимодействий. (Форма контроля – контрольная работа).

Тематика семинарских (практических, лабораторных) занятий соответствует основным темам и разделам учебного курса.

Пример содержания семинарских занятий

Тема 3.2. Методы атомной спектроскопии

1. Процессы, ответственные за испускание (поглощение) излучения в видимой и УФ области. Спектральные термы. Разрешенные и запрещенные электронные переходы. Правила отбора.
2. Естественная (согласно условиям Гейзенберга) и реальная (в соответствии с эффектами Доплера и Лоренца) ширина спектральной линии.
3. Атомно-эмиссионная спектроскопия (АЭС). Спектры испускания атомов. Сущность метода. Аналитико-активная форма вещества в АЭС. Уравнение Больцмана.
4. Взаимосвязь между интенсивностью излучения и концентрацией вещества. Уравнение Ломакина-Шайбе.
5. Схема атомно-эмиссионного спектрометра. Назначение и роль отдельных блоков. Основные типы атомизаторов в методе АЭС, их достоинства и недостатки.
6. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС). Сущность метода. Спектры поглощения атомов. Требования к источникам излучения в методе ААС. Правила Уолша. Лампы с полым катодом: устройство, принцип работы, достоинства и недостатки. Безэлектродные газоразрядные лампы.
7. Схема атомно-абсорбционного спектрометра. Назначение и роль отдельных блоков спектрометра. Атомизаторы в методе ААС. Виды используемых пламен; электротермические атомизаторы: кювета Львова, платформа Львова. Метод холодного пара; гидридный метод.
8. Спектральные помехи в методах АЭС и ААС и способы их минимизации. Физико-химические помехи. Суть метода добавок.

9. Сравнение метрологических характеристик и аналитических возможностей АЭС и ААС, разграничение сфер преимущественного применения.

Решение типовых задач:

1. Рассчитать (в общем виде) содержание определяемого элемента в анализируемом объекте исследуемом объекте, определяемое методом добавок, если известны:

- масса навески исследуемого образца m (мг);
- объем первоначального разведения V_p (мл);
- степень разбавления полученного раствора n ;
- объемы аликвот исследуемого V_x (мл) и стандартного $V_{ст}$ (мл) растворов, используемые для приготовления измеряемого раствора;
- значения аналитических сигналов в растворах анализируемого образца A_x и анализируемого образца с добавкой стандартного раствора $A_{x+д}$ (в произвольных единицах).

Получить уравнения для расчета содержания искомого компонента в миллиграммах на грамм образца и в процентах.

2. Оценить (в общем виде) случайную составляющую погрешности определения элемента методом АЭС, обусловленную непостоянством температуры пламени, если известна длина волны спектральной линии λ (нм), температура атомизатора t ($^{\circ}\text{C}$) и колебания температуры атомизатора $\pm \Delta t$ ($^{\circ}\text{C}$). Изменением степени перевода определяемого компонента в атомарное состояние, а также изменением степени ионизации пренебречь.

Справочные данные:

Постоянная Больцмана $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ Дж} \cdot \text{К}^{-1}$

Постоянная Планка $h = 6,61 \cdot 10^{-34} \text{ Дж} \cdot \text{с}$

Рассчитать величины случайной составляющей погрешности (в относительных процентах) при определении натрия ($3p \rightarrow 3s$ переход, $\lambda=589,3$ нм) и калия ($4p \rightarrow 4s$ переход, $\lambda=766,5$ нм), если температура пламени составляет 1500°C , а колебания температуры достигают ± 10 К.

Пример задания лабораторного практикума

Тема 2.2. Потенциометрический метод анализа. Прямая потенциометрия и потенциометрическое титрование

Лабораторная работа: Ионометрическое определение фторид-ионов

Задача исследования:

Определение содержания фторид-ионов в зубной пасте методом прямой потенциометрии.

Определение проводят методом градуировочного графика. Для этого измеряют значения э.д.с. гальванической ячейки, в состав которой входит фторид-селективный электрод и электрод сравнения (*зачем нужен электрод*

сравнения?), и строят график зависимости потенциала от логарифма концентрации фторид-ионов. Затем измеряют значение э.д.с. в исследуемом растворе и по градуировочному графику находят логарифм концентрации фторид-ионов (*зачем нужно построение градуировочного графика, почему нельзя определить концентрацию фторид-ионов в анализируемом растворе, просто измерив значение э.д.с.?*)

Исходные растворы, посуда, оборудование

1. Исходные растворы:

Исходный раствор фторида аммония с концентрацией 0,1 М.

Исходный раствор ацетатного буфера (*какова его роль?*).

Фоновый раствор готовят разбавлением исходного раствора ацетатного буфера дистиллированной водой в соотношении 1:10.

Посуда:

- мерные колбы вместимостью 50 мл;
- моровские пипетки вместимостью 5, 25 мл (*почему именно моровские?*);
- стаканы химические;
- воронка стеклянная;
- фильтровальная бумага.

Оборудование:

- иономер;
- магнитная мешалка;
- электрод сравнения хлорид-серебряный;
- фторид-селективный мембранный электрод.

Основные этапы работы:

1 этап. Приготовление градуировочных растворов и раствора анализируемого образца.

1. Раствор фторида аммония с концентрацией 10^{-2} М. Чистой моровской пипеткой, предварительно промытой отбираемым раствором (*почему не дистиллированной водой?*), отбирают 5 мл исходного раствора фторида аммония, переносят в мерную колбу на 50 мл, добавляют 5 мл исходного раствора ацетатного буфера, доводят до метки водой и перемешивают, не менее 10 раз переворачивая мерную колбу.

2. Далее аналогичным образом (методом последовательного разбавления) готовят растворы фторида аммония с концентрациями 10^{-3} М, 10^{-4} М, 10^{-5} М, 10^{-6} М.

3. В весовой комнате (лаб.118) в отдельные стаканчики отбирают 3 навески исследуемого образца пасты (примерно по 0,5-1 г каждая) и записывают массы навесок (с точностью до 3-го знака) в лабораторный журнал.

В каждый стаканчик вносят примерно 20 мл дистиллированной воды и содержимое осторожно (**НЕ** интенсивно!) перемешивают с помощью стеклянной палочки, *не допуская обильного пенообразования*. Взмучивают нерастворившийся осадок и количественно переносят содержимое стаканчика в мерную колбу вместимостью 50 мл. Вносят в колбу 5 мл исходного раствора ацетатного буфера, после разрушения пены доводят объем раствора до метки и перемешивают. Нерастворившийся осадок отфильтровывают, отбрасывая первые несколько мл фильтрата.

2 этап. Подготовка фторид-селективного электрода к работе.

Перед построением градуировочного графика, ионоселективный электрод необходимо отмыть фоновым раствором (*как изменяется величина потенциала в процессе отмывки?*) до величины потенциала (250-300 мВ). Для этого в стаканчик отбирают примерно 20 мл фонового раствора, помещают якорь магнитной мешалки, погружают электроды и включают магнитную мешалку. При этом мембрана индикаторного электрода должна быть полностью смочена фоновым (или в последующих измерениях – анализируемым) раствором и пузырьки воздуха не должны «прилипнуть» к поверхности мембраны. Если скорость вращения якоря магнитной мешалки велика, то нижний край образующейся воронки не должен достигать поверхности мембраны электрода.

Измерительный прибор необходимо настроить на режим измерения потенциала. Значение потенциала измеряют через 1-2 минуты после погружения электродов в раствор и включения мешалки. Затем фоновый раствора сменяют новой порцией и повторяют измерения величины потенциала. Отмывку продолжают до тех пор, пока величина измеряемого потенциала не стабилизируется (различие между последовательно измеренными значениями потенциала не должно превышать 1 – 2 мВ).

3 этап. Построение градуировочного графика.

В стаканчик отбирают примерно 20 мл стандартного раствора фторида аммония с наименьшей концентрацией (10^{-6} М), опускают в стаканчик якорь магнитной мешалки, промокают электроды фильтровальной бумагой, опускают в стаканчик с анализируемым раствором (аналогично описанному в 3 этапе) и включают магнитную мешалку. Через 1-2 минуты, после установления постоянного значения потенциала, считывают показания прибора, записывают в лабораторный журнал и переходят к следующему раствору фторида аммония в порядке увеличения концентрации (*почему используется именно такой порядок измерений, а не наоборот – от большей концентрации к меньшей?*).

После окончания измерений электроды погружают в фоновый раствор и отмывают как описано в предыдущем пункте (*с какой целью производится отмывка электрода?*).

Полученные экспериментальные данные используют для построения градуировочного графика в координатах потенциал – логарифм концентрации. Определяют нижний предел обнаружения и величину наклона градуировочной характеристики используемого фторид-селективного электрода.

Электрод считается пригодным к работе если:

- величина наклона электродной функции находится в пределах 50–65 мВ/рС; - величина предела обнаружения не выше 10^{-5} М.

Если эти условия не соблюдаются, необходимо повторить процедуру отмывки электрода фоновым электролитом и построение градуировочного графика.

4 этап. Определение содержания фторидов в зубной пасте.

В стаканчик отбирают примерно 20 мл раствора зубной пасты, опускают в стаканчик якорь магнитной мешалки, промокают электроды фильтровальной бумагой, опускают в стаканчик с анализируемым раствором (аналогично описанному в 3 этапе) и включают магнитную мешалку.

Через 1-2 минуты, после установления постоянного значения, считывают показания прибора, записывают в рабочий журнал и переходят к следующему раствору.

Отмывать электроды между серией растворов зубной пасты не нужно, однако перед исследованием каждого следующего раствора, необходимо промокнуть электроды фильтровальной бумагой. После окончания измерений электроды погружают в фоновый раствор и отмывают как описано в п. 3.

По градуировочному графику устанавливают концентрацию фторид-ионов во всех испытуемых растворах и рассчитывают его содержание в контрольном образце и анализируемой пробе зубной пасты (массовую долю фторид иона в анализируемых образцах).

Проводят статистическую обработку результатов измерений.

Контрольные вопросы по заданию «Ионометрическое определение фторид-ионов».

1. Сущность метода (сформулировать общий принцип).
2. Назначение индикаторного электрода и электрода сравнения, их устройство и принцип функционирования. К какому типу электродов относится каждый из электродов в данном случае?
3. Уравнение, описывающие зависимость ЭДС ячейки от концентрации (активности) фторид-ионов в растворе.
4. Что представляет собой градуировочный график?
5. Что такое наклон электродной функции и каково его теоретическое значение для фторид-селективного электрода?
6. В какой последовательности необходимо выполнять измерения при построении градуировочного графика?

7. Является ли градуировочный график строго линейным? Если да (нет), то почему?
8. Можно ли использовать уравнение линии тренда для нахождения концентрации фторид-ионов в исследуемом растворе?
9. В чем суть процедуры отмывки электрода?
10. Какие ионы могут мешать определению фторид-ионов в реальных объектах?
11. Почему определение фторид-ионов проводят в среде ацетатного буфера?
12. Понятие нижнего предела обнаружения (НПО) и его практическое определение.
13. Достоинства прямого потенциометрического метода определения фторид-ионов.

Описание инновационных подходов и методов к преподаванию учебной дисциплины

При организации учебного процесса по дисциплине «Инструментальные и хроматографические методы анализа» используется ряд инновационных подходов и методов: **практико-ориентированный, обучающе-исследовательский, эвристический, развития критического мышления.**

При выполнении заданий на семинарских и лабораторных занятиях осуществляется не просто приобретение знаний, а их осмысление и переработка с последующим применением при решении поставленных проблем. В ходе обучения у обучающихся происходит формирование специализированных компетенций практической деятельности, а также понимание того, где и для чего полученные компетенции применяются на практике. В итоге обучающийся получает не только определенные знания, но и навыки профессиональной деятельности (**практико-ориентированный подход**). Одновременно применяются технологии развития **критического мышления**, связанные с пониманием научной информации и способами ее трансформации.

Учебный процесс, организованный на основе **обучающе-исследовательского принципа**, призван формировать у студентов творческий подход к решению разнообразных задач, исследовательские умения, умение работать в коллективе в процессе изучения программного материала, аналитический характер мышления.

Ответы на вопросы, поставленные в методических указаниях к выполнению лабораторной работы, требуют творческого осмысления всего эксперимента, проведения дополнительных опытов, планируемых студентом уже самостоятельно, поиска необходимой информации в учебной, справочной литературе и электронных базах данных. При организации лабораторных занятий

также используется **кейс-метод**, который предполагает анализ конкретных ситуаций из лабораторной практики на основе информации преподавателя и литературных источников, собственного опыта.

При выполнении заданий на семинарских, практических и лабораторных занятиях осуществляется творческая самореализация обучающихся в процессе создания образовательных продуктов, студенты имеют возможность проявить и усовершенствовать аналитические и оценочные навыки и находить наиболее рациональное решение поставленной проблемы. В итоге обучающийся получает не только определенные знания, но и навыки профессиональной деятельности (практико-ориентированный подход), а конечный результат обучения направлен преимущественно не на овладение готовым знанием, а на его выработку. Предпочтение отдается использованию проблемных ситуаций не на низком, рецептивном уровне, когда преподаватель сам формулирует и разрешает проблему, а на более высоких – репродуктивно-продуктивном и эвристическом уровнях. Одновременно развиваются навыки критического мышления, связанные с пониманием научной информации и способами ее трансформации.

При проведении семинарских и практических занятий студенты обеспечиваются творческими проблемными заданиями и перечнем вопросов и упражнений. При анализе поставленных задач используется **эвристический метод**, способствующий развитию творческого мышления, формированию познавательных умений, а также обучению студентов приемам активного познавательного общения.

Методические рекомендации по организации самостоятельной работы обучающихся

При организации самостоятельной работы студентов наряду с традиционными источниками информации (учебники и учебные пособия) используются и современные информационные ресурсы. На образовательном портале educhem.bsu.by размещены лекции в виде файлов PowerPoint с пояснениями к каждому слайду, учебная программа о дисциплине, учебные пособия по дисциплине, учебные материалы для подготовки к лабораторным занятиям, задания для самостоятельной подготовки к занятиям, вопросы для подготовки к экзаменам, список рекомендуемой литературы. При выполнении ряда заданий требуется также осуществлять поиск и проводить критический анализ информации и литературы в сети Интернет. Контроль осуществляется в форме устного опроса, письменных отчетов по лабораторным работам, а также в форме контрольных работ.

Примерный перечень вопросов к экзамену

1. Аналитическая химия: основные задачи, проблемы, тенденции развития на современном этапе. Физико-химические методы анализа - раздел современной аналитической химии.
2. Характеристика основных типов электрохимических ячеек (электролитическая ячейка, гальванический элемент) и их использование в электрохимических методах анализа. Классификация электрохимических методов анализа по типу и условиям получения аналитического сигнала.
3. Сущность потенциометрического метода анализа. Механизм возникновения потенциала на границе металл – раствор и других межфазовых границах. Условие Гугенгейма. Уравнение Нернста.
4. Понятия электродного потенциала и э.д.с. гальванической ячейки. Водородная шкала потенциалов. Схематическое изображение электродов и гальванических ячеек. Правила знаков э.д.с. и электродных потенциалов.
5. Вторичные электроды сравнения: устройство и особенности функционирования. Диффузионный потенциал и способы его устранения. Анализ формулы Гендерсона.
6. Ионно-металлические и окислительно-восстановительные электроды: механизм функционирования, важнейшие представители, применение в анализе.
7. Мембранные (ионоселективные) электроды: классификация по типам мембран и электродно-активных веществ. Устройство, принцип функционирования и основные представители.
8. Основные характеристики ионоселективных электродов: коэффициенты селективности, нижний и верхний пределы обнаружения и методы их определения.
9. Стекланные электроды для рН-метрии и определения ионов щелочных металлов: устройство и механизм функционирования, факторы, ответственные за селективность. Уравнения Никольского и Эйзенмана-Никольского.
10. Электроды на основе труднорастворимых осадков: устройство, механизм функционирования и важнейшие представители. Факторы, ответственные за селективность и нижний предел обнаружения. Примеры применения в анализе и научных исследованиях.
11. Электроды на основе жидких ионообменников: устройство, механизм функционирования и важнейшие представители. Факторы, определяющие селективность и пределы функционирования. Примеры применения в анализе.
12. Электроды на основе нейтральных переносчиков: устройство, механизм функционирования и важнейшие представители. Факторы, определяющие селективность и пределы функционирования. Примеры применения в анализе.

13. Сложные устройства на основе ионоселективных электродов: газовые селективные электроды, ферментные электроды, ионоселективные полевые транзисторы.
14. Основные варианты метода прямой потенциометрии: метод градуировочного графика, метод ограничивающих растворов, метод стандартного раствора, методы добавок, метод Грана. Их достоинства и недостатки.
15. Анализ кривых потенциометрического титрования. Факторы, определяющие высоту скачка потенциала в кислотно-основном, осадительном, комплексометрическом и окислительно-восстановительном титровании. Практические способы установления точки эквивалентности.
16. Основные источники погрешностей при работе с ионоселективными электродами и способы их устранения. Проточно-инжекционный анализ.
17. Принципиальная схема полярографической установки. Полярографическая волна, характеристика ее отдельных участков. Полярографический спектр.
18. Составляющие полярографируемого раствора и их роль в проведении полярографического анализа.
19. Полярографические максимумы, причины их возникновения, способы устранения и применение для определения ПАВ.
20. Количественный полярографический анализ. Уравнение Ильковича.
21. Качественный полярографический анализ. Уравнение обратимой полярографической волны. Способы нахождения потенциала полуволны.
22. Твердые микроэлектроды и их применение в полярографии, достоинства и недостатки по сравнению с ртутным капельным электродом.
23. Основные принципы и конкретные пути повышения чувствительности и селективности полярографического анализа. Дифференциальная, переменноточковая, осциллографическая, инверсионная, импульсная вольтамперометрия.
24. Полярографический метод анализа, общая характеристика. Применение полярографии для определения неорганических и органических соединений.
25. Сущность амперометрического титрования. Типы кривых амперометрического титрования. Амперометрические сенсоры: устройство, принцип действия, области применения.
26. Кондуктометрия и кондуктометрическое титрование и их аналитическое применение.
27. Кулонометрия и кулонометрическое титрование. Способы нахождения количества перенесенного электричества. Практическое применение для определения металлов, окислителей и восстановителей в различных объектах. Электрогравиметрия.
28. Капиллярный электрофорез: принцип метода, схема установки, применение в анализе.

29. Классификация методов анализа, основанных на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом, по длинам волн и энергии поглощаемого (испускаемого) излучения.
30. Спектральные термы и электронные спектры атомов. Спектры молекул: их вид и связь со строением веществ.
31. Закон Бугера-Ламберта-Бера: экспоненциальная и логарифмическая форма; условия соблюдения и причины нарушения. Оптическая плотность и пропускание; оптимальная оптическая плотность.
32. Атомно-эмиссионный метод анализа: история создания; спектрография и спектрофотометрия; основные узлы прибора; методы атомизации и возбуждения; спектральные и физико-химические помехи и способы их устранения; сфера применения и аналитические характеристики.
33. Атомно-абсорбционный метод анализа: основные узлы прибора; пламенный и электротермический методы атомизации; метод холодного пара и гидридный метод; спектральные и физико-химические помехи и пути их устранения; сфера применения и аналитические характеристики.
34. Сопоставительная характеристика атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов анализа.
35. Молекулярный абсорбционный анализ по поглощению в видимой и УФ области. Методы получения поглощающих сред. Контрастность, чувствительность, селективность аналитической реакции. Колориметрия и фотоэлектро-колориметрия.
36. Экстракционно-фотометрический метод анализа. Важнейшие типы экстракционных систем. Основные количественные характеристики процессов экстракции.
37. Спектрофотометрический метод анализа: основные узлы спектрофотометра; сфера применения и аналитические характеристики метода. Дифференциальная спектрофотометрия.
38. Люминесцентный метод анализа: типы люминесценции (по характеру возбуждения, по типу свечения); основные законы люминесценции; диаграмма Яблонского; связь способности веществ люминесцировать с их строением.
39. Принципиальное устройство флуориметра; уравнение связи аналитического сигнала с концентрацией; тушение люминесценции; сфера применения и аналитические характеристики; сопоставление с спектрофотометрией.
40. Колебательные спектры молекул. ИК и КР спектроскопия: сущность методов и применение в анализе.
41. Нефелометрический и турбидиметрический методы анализа: сущность методов, устройство приборов; уравнения связи аналитических сигналов с концентрацией; сфера применения и сопоставительная характеристика методов.
42. Рефрактометрический и поляриметрический методы анализа: принцип метода, сферы применения, основные аналитические характеристики.

43. Определение веществ по собственной радиоактивности: принцип метода; основные уравнения; примеры практического применения. Радиоизотопное датирование.
44. Метод изотопного разбавления в химическом анализе и методы анализа, основанные на вторичной радиоактивности. Сущность и основные сферы применения.
45. Кинетические методы анализа. Основные принципы; сферы применения; аналитические возможности. Примеры применения в клинических биохимических исследованиях.
46. Стратегия выбора оптимального метода и методики для анализа реальных объектов.
47. Газовая хроматография. Сущность метода. Преимущества и недостатки. Особенности, варианты. Принципиальная схема газового хроматографа.
48. Подвижная фаза в газовой хроматографии. Требования, характеристика основных представителей. Способы очистки.
49. Ввод газообразных анализируемых проб в газовой хроматографии. Требования к методике ввода проб, экспериментальные особенности. Анализ равновесной паровой фазы.
50. Ввод жидких анализируемых проб в газовой хроматографии. Требования к методике ввода проб, экспериментальные особенности. Устройство испарителей. Дискриминация. Микроэкстракция и сорбция. Ввод твердых проб.
51. Хроматограмма в газовой хроматографии. Основные параметры процесса разделения.
52. Основы качественного газохроматографического анализа.
53. Основы количественного газохроматографического анализа.
54. Классификация газохроматографических колонок, основные характеристики колонок и их влияние на хроматографические параметры.
55. Условия анализа и их влияние на разделение в газовой хроматографии.
56. Детекторы в газовой хроматографии. Требования, классификация, основные характеристики.
57. Детектор по теплопроводности. Особенности устройства и функционирования, характеристика аналитических параметров.
58. Детектор пламенно-ионизационный. Особенности устройства и функционирования, характеристика аналитических параметров.
59. Детектор электронного захвата. Особенности устройства и функционирования, характеристика аналитических параметров.
60. Носители неподвижных жидких фаз в газо-жидкостной хроматографии.
61. Газо-адсорбционная хроматография. Классификация адсорбентов. Взаимосвязь вида изотермы адсорбции и степени размывания зон. Особенности практического применения.
62. Основы выбора рациональной толщины пленки неподвижной жидкой фазы в газо-жидкостной хроматографии.

63. Газо-жидкостная хроматография. Характеристика неподвижных жидких фаз. Основы рационального выбора неподвижной жидкой фазы.
64. Распределительная хроматография. Особенности метода. Понятие подвижности и ее роль в процессе разделения.
65. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Элюирующая сила растворителей. Элюотропные ряды.
66. Детекторы для жидкостной хроматографии. Характеристика аналитических параметров. Основы выбора в зависимости от природы аналита.
67. Фотометрические детекторы в ВЭЖХ. Особенности устройства, получаемая информация.
68. ВЭЖХ детекторы, используемые при анализе полимеров. Особенности устройства, получаемая информация.
69. Сорбенты для высокоэффективной жидкостной хроматографии.
70. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Теоретические основы метода.
71. Аппаратура высокоэффективной и ультраэффективной жидкостной хроматографии.
72. Метод градиентного элюирования в жидкостно-жидкостной распределительной хроматографии.
73. Вытеснительный метод в жидкостно-жидкостной распределительной хроматографии.
74. Элюентный метод в жидкостно-жидкостной распределительной хроматографии.
75. Фронтальный метод в жидкостно-жидкостной распределительной хроматографии.
76. Условия анализа и их влияние на разделение в жидкостной хроматографии.
77. Устройство насосов и автосэмплеров для жидкостной хроматографии. Преимущества и недостатки.
78. Тонкослойная и бумажная хроматография. Теоретические основы. Область применения. Методы визуализации разделяемых веществ. Количественный анализ.
79. Масс-спектрометрические детекторы. Способы ионизации веществ в газовой и жидкостной хроматографии.
80. Масс-спектрометрические детекторы. Масс-анализаторы.

ПРОТОКОЛ СОГЛАСОВАНИЯ УЧЕБНОЙ ПРОГРАММЫ УВО

Название учебной дисциплины, с которой требуется согласование	Название кафедры	Предложения об изменениях в содержании учебной программы учреждения высшего образования по учебной дисциплине	Решение, принятое кафедрой, разработавшей учебную программу (с указанием даты и номера протокола)
Физическая химия	Кафедра физической химии	Отсутствуют	Утвердить согласование без внесения изменений (протокол №4 от 17.10.2022 г.)
Электрохимия	Кафедра электрохимии	Отсутствуют	Утвердить согласование без внесения изменений (протокол №4 от 17.10.2022 г.)

**ДОПОЛНЕНИЯ И ИЗМЕНЕНИЯ К УЧЕБНОЙ ПРОГРАММЕ ПО
ИЗУЧАЕМОЙ УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЕ**

на ____ / ____ учебный год

№ п/п	Дополнения и изменения	Основание

Учебная программа пересмотрена и одобрена на заседании кафедры
_____ (протокол № ____ от _____ 20_ г.)

Заведующий кафедрой

УТВЕРЖДАЮ
Декан факультета
