

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского»**

Химический факультет
(факультет / институт / филиал)

УТВЕРЖДЕНО
решением ученого совета ННГУ
протокол от

Рабочая программа дисциплины

Основы пробоотбора и пробоподготовки
образцов

(наименование дисциплины (модуля))

Уровень высшего образования
специалитет

Направление подготовки / специальность
04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

(указывается код и наименование направления подготовки / специальности)

Направленность образовательной программы
Неорганическая химия

(указывается профиль / магистерская программа / специализация)

Форма обучения
очная

Нижегород

2022 год

Лист актуализации

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 2022-2023 учебном году на заседании кафедры
аналитической химии

Протокол ___ 20__ г. № ___

Зав. кафедрой _____ Князев А.В.

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 20__ -20__ учебном году на заседании кафедры

Протокол от ___ 20__ г. № ___

Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 20__ -20__ учебном году на заседании кафедры

Протокол от ___ 20__ г. № ___

Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 20__ -20__ учебном году на заседании кафедры

Протокол от ___ 20__ г. № ___

Зав. кафедрой _____

1. Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина относится к части, формируемой участниками образовательных отношений, относится к дисциплинам (модули) по выбору (ДВ.5) профессионального цикла ФГОС-3++ по специальности ВО — 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия» в девятом семестре (пятый год обучения). Код дисциплины в учебном плане: Б1.В.03.ДВ.05.02.

Дисциплина опирается на материалы курсов общей, неорганической, органической, аналитической и физической химии, физики, математического анализа. Успешному освоению дисциплины сопутствует параллельное применение полученных знаний при проведении исследований.

Для успешного освоения дисциплины студент должен:

- знать основные современные методы анализа;
- обладать навыками сбора экспериментальных данных;
- проводить самостоятельный поиск химической информации с использованием различных источников (научных изданий, компьютерных баз данных, ресурсов Internet).

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями и индикаторами достижения компетенций)

Формируемые компетенции (код, содержание компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), в соответствии с индикатором достижения компетенции		Наименование оценочного средства
	Индикатор достижения компетенции* (код, содержание индикатора)	Результаты обучения по дисциплине**	
ПК-1-н Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в области неорганической химии, и/или смежных с химией наук	ПК-1-н-1 Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий	<i>Уметь</i> _ составлять общий план исследования и детальных планов отдельных стадий в рамках задач пробоотбора и пробоподготовки образцов. <i>Знать</i> _ алгоритмы составления общего плана исследования и детальных планов отдельных стадий в рамках задач пробоотбора и пробоподготовки образцов. <i>Владеть</i> _ навыками составления общего плана исследования и детальных планов отдельных стадий в рамках задач пробоотбора и пробоподготовки образцов.	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене
	ПК-1-н-2 Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов	<i>Уметь</i> _ выбирать экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи пробоотбора и пробоподготовки образцов исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов <i>Знать</i> _ основные принципы выбора экспериментальных и расчетно-теоретических методов решения поставленной задачи пробоотбора и пробоподготовки образцов исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов <i>Владеть</i> _ навыками _ выбора	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене

		экспериментальных и расчетно-теоретических методов решения поставленной задачи пробоотбора и пробоподготовки образцов исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов	
ПК-2-н Способен проводить информационные исследования в области неорганической химии и/или смежных с химией наук	ПК-2-н-1 Проводит поиск специализированной информации в информационных базах данных	<i>Знать</i> _основные современные ресурсы для поиска специализированной информации по пробоотбору и пробоподготовке образцов в информационных базах данных <i>Уметь</i> пользоваться современными ресурсами для поиска специализированной информации по пробоотбору и пробоподготовке образцов в информационных базах данных <i>Владеть</i> навыками поиска специализированной информации по пробоотбору и пробоподготовке образцов в информационных базах данных	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене
	ПК-2-н-2 Анализирует и обобщает результаты поиска по тематике проекта в области неорганической химии и/или смежных с химией наук	<i>Знать</i> _основные алгоритмы анализа и обобщения результатов поиска по тематике проекта в области пробоотбора и пробоподготовки образцов <i>Уметь</i> анализировать и обобщать результаты поиска по тематике проекта в области пробоотбора и пробоподготовки образцов. <i>Владеть</i> навыками анализа и обобщения результатов поиска по тематике проекта в области пробоотбора и пробоподготовки образцов	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене
ПК-3-н Способен на основе критического анализа результатов НИР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в области неорганической химии и/или смежных с химией наук	ПК-3-н-1 Систематизирует информацию, полученную в ходе НИР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными	<i>Знать</i> _основные алгоритмы систематизации информации по пробоотбору и пробоподготовке, полученной в ходе НИР, анализа ее и сопоставления с литературными данными <i>Уметь</i> систематизировать информацию по пробоотбору и пробоподготовке, полученную в ходе НИР, анализировать ее и сопоставлять с литературными данными <i>Владеть</i> навыками систематизации информации по пробоотбору и пробоподготовке, полученной в ходе НИР, анализа ее и сопоставления с литературными данными	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене
	ПК-3-н-2 Определяет возможные направления развития работ и перспективы практического применения полученных результатов	<i>Знать</i> _перспективные направления развития работ по пробоотбору и пробоподготовке и перспективы практического применения полученных результатов <i>Уметь</i> определять возможные направления развития работ по пробоотбору и пробоподготовке и перспективы практического применения полученных результатов <i>Владеть</i> навыками определения возможных направлений развития работ по пробоотбору и пробоподготовке и перспективы практического применения полученных результатов	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене

ПК-1-о Способен организовывать работу коллектива по решению задач НИР в области неорганической химии, готовить нормативную и отчетную документацию	ПК-1-о-1. Планирует и организует работу коллектива в рамках научных и научно-технических проектов	<i>Знать</i> _основы планирования и организации работ коллектива в рамках научных и научно-технических проектов по пробоотбору и пробоподготовке образцов <i>Уметь</i> планировать и организовывать работы коллектива в рамках научных и научно-технических проектов по пробоотбору и пробоподготовке образцов <i>Владеть</i> навыками планирования и организации работ коллектива в рамках научных и научно-технических проектов по пробоотбору и пробоподготовке образцов Планирует и организует работу коллектива в рамках научных и научно-технических проектов	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене
	ПК-1-о-3. Анализирует результаты деятельности коллектива и вносит предложения по ее совершенствованию	<i>Знать</i> _основные приемы анализа результатов деятельности коллектива и внесения предложения по ее совершенствованию при решении задач по пробоотбору и пробоподготовке образцов. <i>Уметь</i> анализировать результаты деятельности коллектива и вносить предложения по ее совершенствованию при решении задач по пробоотбору и пробоподготовке образцов. <i>Владеть</i> навыками анализа результатов деятельности коллектива и внесения предложения по ее совершенствованию при решении задач по пробоотбору и пробоподготовке образцов.	Контрольная работа, реферат, доклад, сообщение, тест, отчет по лабораторной работе, собеседование на экзамене

3. Структура и содержание дисциплины

3.1 Трудоемкость дисциплины

	очная форма обучения
Общая трудоемкость	_9_ ЗЕТ
Часов по учебному плану	324
в том числе	
аудиторные занятия (контактная работа):	258
- занятия лекционного типа	64
- занятия семинарского типа	98
- занятия лабораторного типа	96
самостоятельная работа	30
Промежуточная аттестация – экзамен	36

3.2. Содержание дисциплины

Разделы дисциплины и виды занятий

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины	Всего (часы)			в том числе												Самостоятельная работа обучающегося, часы		
				Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы														
				из них														
	Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Занятия лабораторного типа	Всего														
Очная	Очно-заочная	Заочная	Очная	Очно-заочная	Заочная	Очная	Очно-заочная	Заочная	Очная	Очно-заочная	Заочная	Очная	Очно-заочная	Заочная	Очная	Очно-заочная	Заочная	
Тема 1. Стадии контроля качества анализируемого материала. Классификация проб	34			6			10			10			26			8		
Тема 2. Процесс отбора пробы	34			6			10			10			26			8		
Тема 3. Пробоподготовка	111			25			40			38			103			8		
Тема 4. Концентрирование и разделение	109			27			38			38			103			6		
Итого	288			64			98			96			258			30		

Содержание разделов дисциплины

Тема 1. Стадии контроля качества анализируемого материала. Классификация проб.

1. Стадия контроля качества анализируемого материала: выбор места отбора пробы, обработка пробы, измерение, обработка данных и их проверка, интерпретация полученных результатов.
 2. Классификация проб.
 3. Частичная проба, средняя (генеральная) проба.
 4. Представительность пробы.
 5. Отбор пробы из неподвижно лежащего материала.
 6. Отбор пробы из потока его.
 7. Метод конверта и концентрических окружностей.
- Метод продольных струй и поперечных сечений.

Тема 2. Процесс отбора пробы.

1. Процесс отбора и обработки пробы.
2. Методы отбора проб газов.
3. Отбор жидкостей и полужидких (вязких) масс.
4. Отбор твердых материалов.
5. Особенности пробоотбора металлов, шлаков и технологического сырья.
6. Пробоотбор жидкого и твердого топлива.
7. Пробоотбор воздуха и газов. Динамический и статический способы.
8. Особенности пробоотбора воды: природной, водопроводной, бутилированной, сточной.
9. Пробоотбор снега и льда.
10. Пробоотбор почвы, различных грунтов.
11. Пробоотбор растительных объектов.
12. Пробоотбор продуктов питания и напитков.
13. Пробоотбор фармацевтических, косметических препаратов и бытовой химии.
14. Пробоотбор бытовых и промышленных отходов.
15. Особенности пробоотбора высокочистых веществ.
16. Хранение и транспортировка проб.

Тема 3. Пробоподготовка.

1. Задачи пробоподготовки. Выбор метода пробоподготовки в зависимости от метода анализа.
2. Сегрегация и учет ее при отборе проб твердых материалов.
3. Дробление и измельчение пробы.
4. Сокращение пробы: фракционный отбор, прокладка канав, квартование, деление в делителях.
5. Химическая пробоподготовка. Использование минеральных и органических кислот, солей, оснований.
6. Пробоподготовка с использованием сплавления.
7. Использование различных вариантов разложения пробы. Минерализация пробы.
8. Экстракция. Классификация, основные характеристики, возможности метода.

Тема 4. Концентрирование и разделение.

1. Концентрирование и разделение – составные части обработки пробы.
2. Классификация методов разделения (концентрирования).
3. Значение концентрирования и области его применения.
4. Абсолютное и относительное концентрирование. Индивидуальное и групповое концентрирование.
5. Удаление матрицы и выделение микрокомпонентов.
6. Количественные характеристики концентрирования.
7. Метод осаждения и соосаждения.
8. Метод жидкофазной микроэкстракции.
9. Сорбционные методы. Твердофазная микроэкстракция.
10. Электрохимические методы.
11. Дистилляция, сублимация.
12. Кристаллизационные методы.
13. Флотация.
14. Фильтрация.

15. Диффузия и термодиффузия.
16. Разделение в гравитационном поле.

Текущий контроль успеваемости реализуется в рамках занятий семинарского типа, лабораторного типа.

Промежуточная аттестация проходит в *традиционных формах (экзамен)*.

4. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

Самостоятельная работа студентов проводится с помощью электронного управляемого курса «Отбор и подготовка к анализу» <https://e-learning.unn.ru/course/view.php?id=1221>. Контроль осуществляется с помощью тестирования, интегрированного в ЭУК. После каждой темы ЭУК обучающийся должен пройти тест по данному разделу.

5. Фонд оценочных средств для промежуточной аттестации по дисциплине (модулю), включающий:

5.1. Описание шкал оценивания результатов обучения по дисциплине

Уровень сформированности компетенций (индикатора достижения компетенций)	Шкала оценивания сформированности компетенций						
	плохо	неудовлетворительно	удовлетворительно	хорошо	очень хорошо	отлично	превосходно
<u>Знания</u>	Отсутствие знаний теоретического материала. Невозможность оценить полноту знаний вследствие отказа обучающегося от ответа	Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки.	Минимально допустимый уровень знаний. Допущено много негрубых ошибок.	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько негрубых ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько незначительных ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки, без ошибок.	Уровень знаний в объеме, превышающем программу подготовки.
<u>Умения</u>	Отсутствие минимальных умений. Невозможность оценить наличие умений вследствие отказа обучающегося	При решении стандартных задач не продемонстрированы основные умения. Имели место грубые	Продemonstrированы основные умения. Решены типовые задачи с негрубыми ошибками. Выполнены	Продemonstrированы все основные умения. Решены все основные задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все	Продemonstrированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания, в полном	Продemonstrированы все основные умения, решены все основные задачи с отдельными незначительными	Продemonstrированы все основные умения, решены все основные задачи. Выполнены все задания,

	я от ответа	ошибки.	все задания но не в полном объеме.	задания, в полном объеме, но некоторые с недочетами.	объеме, но некоторые с недочетами.	недочетами, выполнены все задания в полном объеме.	в полном объеме без недочетов
<u>Навыки</u>	Отсутствие владения материалом. Невозможнос ть оценить наличие навыков вследствие отказа обучающего я от ответа	При решении стандартных задач не продемонстр ированы базовые навыки. Имели место грубые ошибки.	Имеется минимальны й набор навыков для решения стандартных задач с некоторыми недочетами	Продемонстри рованы базовые навыки при решении стандартных задач с некоторыми недочетами	Продемонстри рованы базовые навыки при решении стандартных задач без ошибок и недочетов.	Продемонстр ированы навыки при решении нестандартн ых задач без ошибок и недочетов.	Продемонстр ирован творческий подход к решению нестандартн ых задач

5.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения.

5.2.1 Контрольные вопросы

Вопрос	Код формируемой компетенции
1. Стадии анализа исследуемого образца.	ПК-1-н-1, ПК-1-о-1
2. Классификация проб: частичная, средняя (генеральная) проба. Виды проб. Точечная проба, промежуточная, лабораторная (или паспортная) проба.	ПК-1-н-2, ПК-3-н-1
3. Представительность пробы. Гомогенизация твердых проб и достаточная степень измельчения вещества пробы.	ПК-1-о-3
4. Метод квадратования проб.	ПК-3-н-2
5. Пробоотбор воздуха: непрерывный и разовый, аспирационный и вакуумный. Динамический отбор проб воздуха.	ПК-1-н-1, ПК-2-н-1
6. Устройство сосудов для отбора воздуха	ПК-1-о-1
7. Особенности пробоотбора вод. Простая и смешанная проба.	ПК-3-н-1, ПК-1-о-3

8. Приспособления для отбора проб воды.	ПК-1-н-2
9. Учет химических реакций при хранении проб. Методы консервации примесей.	ПК-1-о-3
10. Возможные систематические погрешности пробоотбора и пробоподготовки.	ПК-2-н-1, ПК-1-о-3
11. Разновидности методов концентрирования. Количественные характеристики концентрирования.	ПК-2-н-2, ПК-2-н-1
12. Химический метод концентрирования.	ПК-3-н-2
13. Потенциальные возможности методов концентрирования. Количественные характеристики концентрирования.	ПК-1-о-1, ПК-1-о-3
14. Кристаллизационный метод концентрирования. Направленная кристаллизация и зонная плавка, их сравнение.	ПК-1-н-2
15. Хроматографический метод концентрирования. Возможности метода бинарных фаз переменной емкости.	ПК-1-н-2
16. Хроматографический метод концентрирования. Использование испарителя с программированием температуры. Наколочное дозирование больших проб.	ПК-3-н-1, ПК-2-н-1
17. Хроматографический метод концентрирования. Применение поликапиллярных колонок.	ПК-3-н-2
18. Концентрирование, основанное на равновесии жидкость-пар. Статический метод анализа равновесной паровой фазы.	ПК-2-н-2
19. Концентрирование, основанное на равновесии жидкость-пар. Динамический метод.	ПК-1-н-2
20. Концентрирование, основанное на равновесии жидкость-пар. Проточный (хроматомембранный) метод.	ПК-3-н-1, ПК-2-н-2
21. Возможности ректификации – многоступенчатого метода концентрирования.	ПК-1-н-1
22. Концентрирование примесей менее летучих веществ.	ПК-3-н-1, ПК-2-н-2
23. Экстракционный метод. Жидкофазное и твердофазное экстракционное концентрирование. Сравнение их возможностей.	ПК-1-о-1, ПК-2-н-2
24. Твердофазное и жидкофазное микроэкстракционное концентрирование.	ПК-1-о-1, ПК-2-н-1
25. Разновидности твердофазной микроэкстракции.	ПК-1-н-1, ПК-3-н-2

26. Разновидности жидкофазной микроэкстракции.	ПК-1-н-1, ПК-3-н-2
--	-----------------------

5.2.2. Типовые тестовые задания для оценки сформированности компетенции «ПК-1-н»:

1. Назовите основные стадии химического анализа.
2. Какие способы активного пробоотбора воздуха Вы знаете?
3. Какие способы сокращения пробы Вы знаете?
4. Какие способы концентрирования Вы знаете?

5.2.3. Типовые тестовые задания для оценки сформированности компетенции «ПК-2-н»:

5. Чему равна степень извлечения, если в экстракт перешло 25 г аналита, а в исходном анализируемом растворе содержалось 50 г аналита?
6. Чему равен коэффициент концентрирования, если содержание аналита в исходной анализируемой воде составляло 1 %, а в экстракте после проведения концентрирования 15 %.
7. Для концентрирования примесей из пробы при жидкофазной экстракции необходимо чтобы:
 - А) объем анализируемой пробы был меньше объема экстракта,
 - Б) объем анализируемой пробы был больше объема экстракта,
 - В) концентрирование не зависит от соотношения объемов анализируемой пробы и экстракта.
8. Для более эффективной экстракции необходимо, чтобы:
 - А) коэффициент распределения D был как можно больше,
 - Б) коэффициент распределения D был как можно меньше,
 - В) эффективность экстракции не зависит от коэффициента распределения D .

5.2.4. Типовые тестовые задания для оценки сформированности компетенции «ПК-1-о»:

9. Назовите способы десорбции аналитов с сорбента при проведении твердофазной экстракции _____

10. Какой экстрагент Вы бы взяли для извлечения бензола из водного раствора:

- А) серную кислоту,
- Б) толуол,
- В) дистиллированную воду.

11. Выберите соответствующие определения для данных терминов:

- | | |
|---------------|--|
| А) аспиратор | 1. пробоотборник для отбора жидких проб |
| Б) сорбент | 2. устройство для активного пробоотбора газов и воздуха |
| В) экстрагент | 3. вещество, поглощаемое сорбентом |
| Г) гигрометр | 4. растворитель, содержащий извлеченные из пробы вещества |
| Д) батометр | 5. твердый поглотитель аналитов |
| Е) ротаметр | 6. устройство для измерения влажности анализируемого воздуха |
| Ж) экстракт | 7. растворитель, извлекающий аналиты из исследуемой пробы |
| З) сорбат | 8. прибор для определения объёмного расхода газа или |
| жидкости | |

в единицу времени

5.2.5. Типовые тестовые задания для оценки сформированности компетенции «ПК-3-н»:

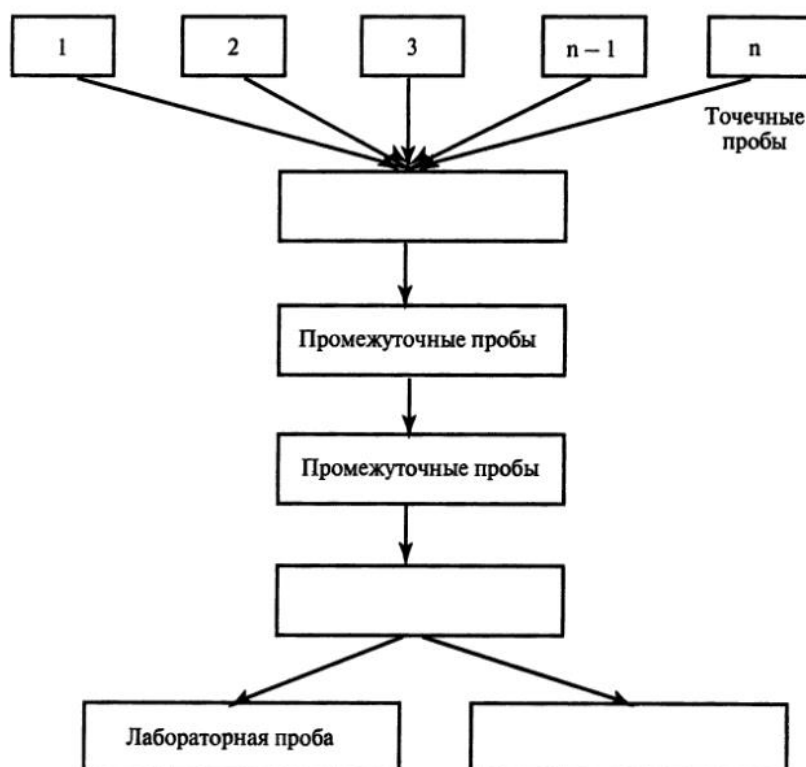
12. Что используют для улавливания аэрозолей при анализе воздуха:

- А) пенополиуретановый фильтр,
- Б) оксид кальция CaO ,
- В) фильтр из стекловолокна,
- Г) сорбент Тенакс.

13. Аппарат Сокслета – это

- А) устройство для жидкостно-жидкостной экстракции,
- Б) прибор для непрерывной экстракции веществ из сорбента,
- В) устройство для активного пробоотбора воздуха,
- Г) устройство для сокращения сыпучей пробы.

14. Впишите недостающие названия проб



15. Дериватизация – это:

- А) разновидность микротвердофазной экстракции,
- Б) способ сокращения пробы,
- В) вариант микроэкстракционного концентрирования,
- Г) получение производных анализируемого вещества, обладающих иными (лучшими с точки зрения используемого аналитического метода) аналитическими свойствами.

5.2.6. Типовые задачи для оценки сформированности компетенции «ПК-1-н»:

Задача 1.

На завод пришел состав с рудой, содержание титана в которой составляет 10^{-3} моль/г. Чувствительность атомно-абсорбционного способа определения титана составляет 10^{-2} моль/г.

Руда имеет разную степень зернистости - от мелких, до крупных фракций разной степени твердости. Как отобрать представительную пробу и как подготовить ее к анализу?

Задача 2.

На предприятие прибыл самосвал с кальцинированной содой, идущей на производство стекла. Сода содержит как крупные куски, так и мелкую фракцию. Как отобрать представительную пробу для анализа?

Задача 3.

В руде, пришедшей на предприятие, среди прозрачных песчинок силикатного песка имеются песчинки. Требуется определить содержание железа(III) в пришедшем сырье.

Фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой возможно определение железа на уровне 10^{-4} % масс. Как отобрать пробу и подготовить ее к анализу?.....

Задача 4.

Необходимо проанализировать сточную воду на содержание хрома(3+) и (6+). Хром(6+) будут определять фотометрически по окраске дихромат-ионов. Суммарное содержание ионов хрома находится на уровне чувствительности определения фотометрической методики. Как отобрать представительную пробу и подготовить ее к анализу?

Задача 5.

Необходимо провести анализ загрязненного воздуха на содержание оксидов серы разных степеней окисления. Концентрация этих оксидов выше предела обнаружения выбранного метода анализа. Как отобрать представительную пробу?

Задача 6.

Необходимо провести анализ загрязненного воздуха на содержание оксидов азота (1, 2, 3, 4, 5), концентрация которых находится на пределе обнаружения метода анализа. Предложите способ отбора представительной пробы и ее подготовки.

5.2.7. Типовые задачи для оценки сформированности компетенции «ПК-2-н» :

Задача 7.

В лаборатории синтезирован образец четыреххлористого кремния, который, как известно, окисляется на воздухе и легко гидролизуется. Необходимо хроматографически проанализировать полученный образец на содержание четыреххлористого германия.

Температуры кипения тетрахлоридов кремния и германия составляют около 80 и 104 °С соответственно. Как отобрать пробу для анализа и как подготовить аппаратуру к анализу?

Задача 8.

В лаборатории получен образец тетрахлорида германия. Необходимо хроматографически проанализировать его на содержание хлорсилана, дихлорсилана, трихлорсилана и четыреххлористого кремния, содержание которых в образце выше предела обнаружения.

Известно, что как тетрахлорид германия, так и все хлор- производные кремния легко гидролизуются и окисляются кислородом воздуха. Как отобрать пробу для анализа и как подготовить аппаратуру для анализа?

Задача 9.

Требуется проанализировать питьевую воду на содержание тяжелых металлов, находящихся на уровне ПДК. Как отобрать и подготовить пробу к анализу? Какой метод анализа применить?

Задача 10.

Необходимо проанализировать загрязненный воздух на содержание тяжелых металлов атомно-эмиссионным методом. Как будете отбирать пробу и готовить ее для анализа?

Задача 11.

Необходимо проанализировать питьевую воду на содержание взвешенных частиц, содержащих тяжелые металлы. Как будете отбирать пробу и готовить ее к анализу? Какой метод анализа предпочтительнее использовать?

Задача 12.

Необходимо проанализировать питьевую воду на содержание летучих органических веществ, относящихся к классу предельных углеводородов, спиртов, кетонов. Какой метод анализа предполагаете использовать? Как будете отбирать пробу и готовить ее к анализу?

5.2.8. Типовые задачи для оценки сформированности компетенции «ПК-3-н»:

Задача 13.

На элеватор пришел вагон с зерном. Как будете отбирать пробу зерна для определения содержания в нем клейковины, воды и тяжелых металлов? Как будете готовить пробу к анализу? Какой метод анализа будете применять?

Задача 14.

Требуется определить жесткость воды, идущей на питьевые цели. Как будете отбирать пробу и готовить ее для комплексонометрического определения при очень малом содержании солей?

Задача 15.

Требуется определить жесткость воды для использования ее в качестве теплоносителя. Как будете отбирать пробу воды и готовить ее для комплексонометрического определения при значительном содержании солей в воде?

Задача 16.

Требуется определить перманганатную и бихроматную окисляемость питьевой воды и соответствие ее техническим условиям. Как будете отбирать пробу для анализа, готовить ее и каким способом будете вести определение?

Задача 17.

В лаборатории синтезировали металлоорганическое соединение из хлорида свинца, хлороформа и металлического натрия. Как отобрать пробу полученного продукта на анализ, как подготовить ее к анализу, какие компоненты следует определить в анализируемом объекте и какие методы предпочтительнее применить?

Задача 18.

Необходимо проанализировать питьевую воду на содержание ионов серебра. Концентрация этих ионов ниже 10^{-9} моль/л. Как отобрать пробу, подготовить ее к анализу и какой метод определения применить?

5.2.9. Типовые задачи для оценки сформированности компетенции «ПК-1-о»:

Задача 19.

Необходимо проанализировать специальную сталь, находящуюся в виде прутков, на содержание хрома, никеля, молибдена, титана, меди и кобальта, если известно, что содержание некоторых компонентов в образце находится на уровне предела обнаружения метода анализа. Как будете отбирать пробу и готовить ее к анализу?

Задача 20.

Необходимо проанализировать латунь в виде тонких листов на содержание меди и цинка. Как будете отбирать пробу, готовить ее к анализу и какой метод целесообразно применить?

Задача 21.

Необходимо проанализировать сено на содержание тяжелых металлов. Как будете отбирать пробу, готовить ее к анализу и какой метод анализа целесообразно использовать?

Задача 22.

Необходимо проанализировать почву на кислотность и на содержание калий-, азот- и фосфорсодержащих удобрений. Как будете отбирать представительную пробу, готовить ее к анализу и какие методы будете использовать?

Задача 23.

Какие экстрагенты Вы бы стали использовать для проведения жидкофазной микроэкстракции хлороформа из воды?

Задача 24.

Предложите методы аналитического окончания при определении свинца (Pb) в экстракте на основе ионной жидкости.

5.2.11. Темы рефератов и сообщений для оценки компетенции «ПК-1-н»:

1. История развития методологии пробоотбора.
2. История развития методологии пробоподготовки.
3. Особенности пробоотбора металлов, шлаков и технологического сырья.
4. Особенности пробоотбора жидкого и твердого топлива.
5. Особенности пробоотбора воздуха и газов. Динамический и статический способы.

5.2.12. Темы рефератов и сообщений для оценки компетенции «ПК-2-н»:

1. Особенности пробоотбора воды: природной, водопроводной, бутилированной, сточной.
2. Особенности пробоотбора снега и льда.
3. Особенности пробоотбора почвы, различных грунтов.
4. Особенности пробоотбора растительных объектов.
5. Особенности пробоотбора продуктов питания и напитков.
6. Особенности пробоотбора фармацевтических, косметических препаратов и бытовой химии.

5.2.13. Темы рефератов и сообщений для оценки компетенции «ПК-3-н»:

1. Особенности пробоотбора бытовых и промышленных отходов.
2. Особенности пробоотбора высокочистых веществ.
3. Твердофазное микроэкстракционное концентрирование примесей.
4. Особенности пробоотбора фармацевтических, косметических препаратов и бытовой химии.
5. Особенности пробоотбора воды: природной, водопроводной, бутилированной, сточной.
6. Особенности пробоотбора воздуха и газов. Динамический и статический способы.

5.2.14. Темы рефератов и сообщений для оценки компетенции «ПК-1-о»:

1. Жидкофазное микроэкстракционное концентрирование примесей.
2. Влияние условий хранения и транспортировки проб на правильность результатов анализа.
3. Перспективы развития методов пробоотбора и пробоподготовки.
4. Жидкофазное микроэкстракционное концентрирование примесей.
5. Влияние условий хранения и транспортировки проб на правильность результатов анализа.
6. Перспективы развития методов пробоотбора и пробоподготовки.

5.2.15. Темы лабораторных работ:

для оценки компетенции «ПК-1-н»:

1. Пробоотбор и сокращение пробы сыпучего материала.

для оценки компетенции «ПК-2-н»:

2. Пробоотбор образцов воздуха и концентрирование на сорбенте.

для оценки компетенции «ПК-3-н»:

3. Экстракционное извлечение органических веществ из воды.

для оценки компетенции «ПК-1-о»:

4. Концентрирование органических веществ из воды с помощью микроэкстракции в отдельную каплю.
5. Концентрирование органических веществ из воды с помощью микроэкстракции с диспергированием экстрагента.

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

а) основная литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. Книга 2. Физико-химические методы анализа методов анализа. Серия «Высшее образование». М.: Дрофа, 2007. 384 с. Доступ: ФБ ННГУ.
2. Основы аналитической химии: учеб. для студентов вузов, обучающихся по хим. специальностям : в 2 т./Алов Н. В., Барбалат Ю. А., Борзенко А. Г., Гармаш А. В., Долманова И. Ф. Т. 2. - М.: Академия, 2014. - 416 с. Доступ: ФБ ННГУ.
3. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. [Электронный ресурс] / Харитонов Ю.Я. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2014. 688 с. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429341.html>

б) дополнительная литература:

1. Москвин Л.Н., Родинков О.В. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2011. 352 с. Доступ: ФБ ННГУ.
2. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. 243 с. Доступ: ФБ ННГУ.
3. Майстренко В.Н., Ключев Н.А. Эколого-аналитический мониторинг стойких органических загрязнителей. М.: БИНОМ, 2009. 323 с. Доступ: ФБ ННГУ.
4. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. 243 с. Доступ: ФБ ННГУ.
5. Аналитическая химия. В 2 т. Т.1. : пер. с англ. / Г. Кристиан . – М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 623 с. Доступ: ФБ ННГУ.

в) рекомендуемая литература:

1. Карпов Ю.А. Анализ высокочистых неорганических веществ. М.: Знание, серия Химия, 1988. 32 С.
2. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. Т.1. Газовая хроматография. – М.: Наука, 2003. – 425 с.
3. Крылов В.А., Мосягин П.В. Твердофазное и жидкофазное микроэкстракционное концентрирование примесей. Электронное учебное пособие. Н.Новгород: Издательство ННГУ. 2016. 108 с. Режим доступа: фонд образовательных электронных ресурсов ННГУ http://www.unn.ru/books/met_files/Microextraction.pdf
4. Крылов В.А., Крылов А.В., Мосягин П.В., Маткивская Ю.О. // Журн. аналит. химии. 2011. Т. 66. № 4. С. 341.
6. Крылов В.А., Мосягин П.В. Газохроматографическое определение органических токсикантов в воде. Электронное учебно-методическое пособие. Н.Новгород: Издательство ННГУ. 2012. 64 с. Режим доступа: фонд образовательных электронных ресурсов ННГУ http://www.unn.ru/books/met_files/Chrom.pdf
7. Зайцев В.Н., Зуй М.Ф. Твердофазное микроэкстракционное концентрирование // Журн. аналит. химии. 2014. Т. 69. №8. С. 787–800.
8. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа. Под ред. Петрухина О.М. - М.: Химия, 2001.
9. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. Т.1. Газовая хроматография. – М.: Наука, 2003. – 425 с.
10. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. Кн.1. Газовая хроматография. – М.: Наука, 2003. – 425 с.
11. Фридман А.Э. Основы метрологии. Современный курс. Санкт-Петербург: НПО "Профессионал". 2008 г. , 284 с.
12. Систематические и случайные погрешности анализа. Учебное пособие для вузов/Под ред. М.С.Черновьянц.-М.: ИКЦ «Академкнига», 2004. – 157 с.
13. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа.- М.:Химия, 2001-263 с.

14. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа. Под ред. Петрухина О.М. - М.: Химия, 2001.
15. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. Т.1. Газовая хроматография. – М.: Наука, 2003. – 425 с.
16. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. Т.2: Процессы с конденсированными подвижными фазами. Т.2– М.: Наука, 2003. – 288 с.
17. Фридман А.Э. Основы метрологии. Современный курс. Санкт-Петербург: НПО "Профессионал". 2008 г. , 284 с.
18. Систематические и случайные погрешности анализа. Учебное пособие для вузов/Под ред. М.С.Черновьянц.-М.: ИКЦ «Академкнига», 2004. – 157 с.
19. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа.- М.:Химия, 2001-263 с.
20. Modern practice of gas chromatography / ed. R. L. Grob, E. F. Barry. – New Jersey.: John Wiley and Sons, 2004. – 1045 p.

г) программное обеспечение и Интернет-ресурсы (в соответствии с содержанием дисциплины):

База данных научных публикаций Springer. Режим доступа: <http://www.lib.unn.ru/er/springer.html> _
электронный управляемый курс «Отбор и подготовка к анализу» <https://e-learning.unn.ru/course/view.php?id=1221>

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Помещения представляют собой учебные аудитории и лаборатории для проведения учебных занятий, предусмотренных программой, оснащенные оборудованием и техническими средствами обучения:

- оборудованная аудитория;
- классная доска;
- мультимедийный проектор.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечены доступом в электронную информационно-образовательную среду

Помещения представляют собой учебные аудитории для проведения учебных занятий, предусмотренных программой, оснащены оборудованием и техническими средствами обучения.

Для проведения лабораторных работ по дисциплине химический факультет и кафедра аналитической химии располагают лабораториями (ауд.321, ауд. 315, ауд. 311, ауд. 305, ауд. 303), оснащенными посудой, реактивами и оборудованием, необходимыми для проведения количественного анализа. Лаборатории химического анализа оборудованы хромато-масс-спектрометром Thermo Focus DSQ II, газовыми хроматографами Хромос ГХ-1000 с электрозахватным, пламенно-ионизационным, пламенно-фотометрическим, фотоионизационным детекторами, детектором по теплопроводности, жидкостным хроматографом LC-20 Prominence (Shimadzu), с кондуктометрическим детектором, кондуктометром № 5721, иономерами универсальными ЭВ-74, рН-метрами милливольтметрами рН-121, рН-метрами Mettler Toledo Five Easy FE 20, лабораторными весами AUX 320 (Shimadzu) магнитными мешалками, плитками и другим лабораторным оборудованием.

Помещения представляют собой учебные аудитории (лекционные с вместимостью 200 человек и семинарские с вместимостью 40 человек) для проведения учебных занятий,

предусмотренных программой. Лекционные аудитории (308 корп. 5, 328 корп. 2) оснащены оборудованием и техническими средствами обучения: переносным мультимедийным проектором, ноутбуком и выходом в сеть Интернет, доской и мелом (для разбора частных вопросов и детализации теоретических аспектов дисциплины, а также решения практических задач). Аудитория для проведения семинарских занятий (125 корп. 5) также оснащена необходимым оборудованием: стационарным мультимедийным проектором, ноутбуком с выходом в сеть Интернет, доской и мелом.

Наименование специальных* помещений и помещений для самостоятельной работы	Оснащенность специальных помещений и помещений для самостоятельной работы	Перечень лицензионного программного обеспечения. Реквизиты подтверждающего документа
Учебная аудитория для проведения занятий лекционного типа: пр. Гагарина, 23, корп. 2, ауд. 328	Комплект специализированной мебели, Доска для мела ДК 11 Э 3012 (3 элемента); технические средства: проекционный экран ScreenMedia Goldview настенный, переносной мультимедийный проектор, ноутбук Lenovo G770	<ul style="list-style-type: none"> • Microsoft Windows 7 Home Basic OA CIS and GE, лицензия OEM • Microsoft Office Professional Plus 2010 Russian Academic Open 1 License No Level, лицензия №60411808, дата выдачи 24.05.2012 г.
Помещение для самостоятельной работы пр. Гагарина, 23, корп. 1, ауд. 205	Комплект специализированной мебели, персональные компьютеры , имеется выход в интернет	<ul style="list-style-type: none"> • Microsoft Windows Professional 10, Лицензия № 67001233, дата выдачи 09.06.2016 г. • Microsoft Office MS Office Standard 2013; серверная лицензия MS SQL Server Лицензия № 65097676, дата выдачи 23.04.2015 г.
Учебная аудитория для проведения занятий лекционного типа пр. Гагарина, 23, корп. 5, ауд. 308	Комплект специализированной мебели; технические средства: переносной проекционный экран DRAPER DIPLOMAT 60x60 MW BlackCase, мультимедийный проектор BenQ MP-512 DLP, ноутбук Acer Extensa 5620Z T2390	<ul style="list-style-type: none"> • Microsoft Windows XP Professional Russian Upgrade Academic Open No Level, Лицензия № 15988873, дата выдачи 15.01.2003 г. • Microsoft Office 2007 Russian Academic Open No Level Лицензия № 43178981, дата выдачи 12.12.2007 г.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечены доступом в электронную информационно-образовательную среду (205 корп. 1).

Программа составлена в соответствии с требованиями ОС ВО ННГУ. Приказ ННГУ от 13.05.2020г. № 275-ОД «О введении в действие образовательного стандарта высшего образования – специалитет по специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»

Авторы

К.Х.Н., доцент

_____ Мосягин П.В.

д.х.н., профессор

_____ Крылов В.А.

Рецензент:

д.х.н., с.н.с. Института химии высокочистых

веществ им. Г.Г. Девярых РАН,

_____ Созин А.Ю.

Заведующий кафедрой аналитической и медицинской химии

д.х.н., профессор

_____ Князев А.В.