



МЧС РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования

«Уральский институт Государственной противопожарной службы  
Министерства Российской Федерации по делам гражданской обороны,  
чрезвычайным ситуациям и ликвидации последствий стихийных бедствий»

кафедра химии и процессов горения

## **ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

Методические рекомендации по изучению дисциплины

Специальность 40.05.03 Судебная экспертиза

Екатеринбург  
2022

Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : методические рекомендации по изучению дисциплины. Специальность 40.05.03 Судебная экспертиза / сост. А.В. Кокшаров. – Екатеринбург : Уральский институт ГПС МЧС России, 2022. – 14 с.

Автор-составитель: Кокшаров А.В., начальник кафедры химии и процессов горения Уральского института ГПС МЧС России, к.х.н., доцент.

Излагаются рекомендации по освоению дисциплины «Физико-химические методы анализа». Даются общие сведения о курсе, его структура и содержание, описывается методическое обеспечение.

Рекомендуется студентам, обучающимся по специальности 40.05.03 Судебная экспертиза.

## **СОДЕРЖАНИЕ**

ПРЕДИСЛОВИЕ .....	4
ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О КУРСЕ.....	5
СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ КУРСА .....	7
УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КУРСА .....	14

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Методические указания по освоению дисциплины «Физико-химические методы анализа» содержат полное описание комплекта учебно-методических материалов рекомендации по преподаванию данной дисциплины.

Учебно-методический комплекс дисциплины (УМКД) «Физико-химические методы анализа» разработан в Уральском институте государственной противопожарной службы МЧС России на кафедре химии и процессов горения с целью методического сопровождения обучения студентов и обеспечения инновационной образовательной деятельности.

Курс «Физико-химические методы анализа» изучается студентами института в 6 семестре после изучения курса химии и аналитической химии. Дисциплина формирует профессиональную компетентность выпускника в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом высшего профессионального образования.

## ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О КУРСЕ

Целью освоения учебной дисциплины «Физико-химические методы анализа» является знакомство обучающихся с современными методами физико-химического анализа веществ и их применения для решения конкретных практических задач.

Для достижения данной цели предусматривается решение следующих задач:

- передать основные теоретические знания по курсу;
  - привить обучающимся навыки выполнения физико-химических методов анализа и операций при исследовании материальных носителей информации;
- приобретение практических навыков сбора, обработки, анализа и систематизации результатов исследования материальных носителей информации.

Изучение дисциплины направлено на формирование компетенций, а также достижения результатов обучения, представленных в таблице ниже

Результат освоения основной образовательной программы	Содержание компетенции	Результат обучения по дисциплине
РО-2.2 Способен осуществлять предварительное расследование преступлений	ПК-3 Способность устанавливать обстоятельства происшествия, связанных с пожарами	<p>Знать: терминологию, основные понятия; порядок пробоотбора и пробоподготовки, способы экспериментального определения количественного состава проб, а также методы математической обработки полученных результатов; аналитическое оборудование; нормативную документацию, периодичность поверки и технического обслуживания средств измерения; границы применимости аналитических методов; границы применимости аналитических методов для правильного их выбора при исследовании материальных объектов; теоретические основы производства судебной пожарно-технической экспертизы и исследований</p> <p>Уметь: пользоваться справочной литературой, находить необходимые данные; пользоваться современным измерительным оборудованием, проводить эксперимент с высокой точностью и воспроизводимостью; правильно выбирать метод определения содержания компонента в пробе; работать на аналитическом оборудовании; проводить поверку средств</p>

		<p>измерения; правильно подбирать методы исследования для получения необходимых данных; производить предварительное исследование образцов; применять методы пожарно-технической экспертизы</p> <p>Владеть: методами проведения информационного поиска в различных электронных и печатных базах данных; техникой приготовления растворов, методами обработки численных данных; умениями работы с измерительными приборами; навыками использования и проверки средств измерения; знаниями для оказания консультаций по вопросам применения криминалистических методов; техникой проведения физико-химических анализов; навыками производства пожарно-технической экспертизы</p>
<p>РО-4.1 Способность производства судебных инженерно-технических экспертиз и исследований по уголовным, гражданским делам и делам об административных правонарушениях</p>	<p>ПКс-1 Способность производства судебной пожарно-технической экспертизы и исследований по уголовным, гражданским делам и делам об административных правонарушениях</p>	<p>Знать: Современные инструментальные методы и технические средства исследования, применяемые в инженерно-технических экспертизах; О физических и физико-химических методах анализа; Хроматографические методы исследования;</p> <p>Уметь применять: Методику отбора проб на месте происшествия; Экспериментальные приемы ультрафиолетовой (УФ) и видимой (ВО) спектроскопии;</p> <p>Владеть: практическими навыками проведения различных видов анализов с использованием аналитического оборудования</p>

В дисциплине общим объемом 108 часов учебного времени предусматривается 22 часа на изучение теоретических вопросов (лекции), 18 часов практических занятий и 24 часа на выполнение лабораторных работ, 39,75 часа выделено на самостоятельную работу.

В среднем стоит рекомендовать студентам на самостоятельную работу уделять примерно 1,5 часа в неделю, в это время входит осмысление изученных вопросов и выполнение письменных заданий (1-2 задачи на тему).

## СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ КУРСА

В условиях смены образовательной парадигмы, смещающей акценты на принципы компетентностного подхода к подготовке выпускников, не смотря на множество дискуссий данный подход, обладает рядом преимуществ, которые позволяют повысить эффективность обучения, облегчают восприятие учебных материалов и помогают студентам с удовольствием получать знания, затрачивая на это минимум сил и времени:

Учебная программа курса «Физико-химические методы анализа» разделена на четыре темы. Программа содержит традиционные виды учебной работы (лекции, практические занятия, выполнение лабораторного практикума, самостоятельная работа) и систему контроля, включающую текущий и промежуточный контроль. Промежуточный контроль – зачёт проводится в форме собеседования по материалам всех тем семестра.

В основу построения программы курса положена классификация методов физического и физико-химического анализа, что даёт возможность управления процессом усвоения знаний на основе четкой систематизации и структуризации учебного материала.

Материал разделов включает следующие структурные единицы: классификация, область применения, метрологические характеристики, применяемые приборы и аппаратура, способы выполнения измерений, обработка результатов.

Такой подход позволяет заложить в каждую составную часть темы ее весовой коэффициент и перенести его на систему оценки и самооценки знаний.

Систематизация учебного материала дисциплины, структуризация всех элементов программы способствует:

- формированию системных знаний;
- повышению объективности самооценки и оценки знаний и возможности компьютеризации учебного процесса;
- возможности более объективного и более глубокого анализа степени усвоения студентами отдельных разделов учебной программы дисциплины.

Систематизация всего учебного материала происходит через учебно-методический комплекс дисциплины (УМКД).

Предлагаемая программа курса разделена на отдельные темы, связанные с классификацией методов аналитического контроля и теоретических сведений.

Содержание дисциплины сосредоточено в 4-х темах.

### **Тема 1. Классификация физико-химических методов анализа. Общая характеристика методов**

Общая характеристика физико-химических методов. Классификация физико-химических методов анализа. Значение и преимущества методов. Чувствительность и разрешающая способность методов. Характеристическое время метода. Интеграция методов.

## **Тема 2. Электрохимические методы анализа (ЭХМА)**

Роль ЭХМА среди других методов анализа объектов окружающей среды. Классификация методов и их особенности. Преимущества и области применения методов.

Прямая потенциометрия. Равновесный электродный потенциал. Уравнение Нернста. Электрохимическая ячейка, схема. Индикаторные и электроды сравнения. Электроды 1 и 2 рода. Ионоселективные электроды. Стекланный электрод, механизм возникновения потенциала. Электроды на основе жидких мембран. Твердые мембранные электроды (кристаллические и некристаллические мембраны).

Способы определения концентраций с помощью ионоселективных электродов (метод градуировочных прямых, метод стандартных добавок, титрование с ионоселективными электродами). Измерение потенциалов. Измерение рН электрохимическим методом.

Потенциометрическое титрование. Компенсационные и некомпенсационные методы потенциометрического титрования. Методы определения конечной точки потенциометрического титрования. Методы титрования до ЭДС, равной нулю и до тока, равного нулю (при потенциале конечной точки титрования). Биметаллические системы электродов в практике ПТ. Потенциометрическое титрование по методу нейтрализации, осаждения, комплексообразования и окисления-восстановления (типы индикаторных электродов, кривые титрования).

Примеры определения веществ методами потенциометрического титрования. Обработка кривых титрования. Принципиальная схема установки для потенциометрического титрования.

Кондуктометрические методы анализа.

Сущность и классификация методов. Электрическая проводимость растворов: удельная и эквивалентная. Влияние на электропроводность природы электролита и растворителя, концентрации электролита, температуры. Прямая кондуктометрия: сущность, схема установки для определения электрической проводимости, электроды, метод калибровочного графика, расчеты. Особенности и области применения метода.

Кондуктометрическое титрование: сущность и особенности метода. Кривые кондуктометрического титрования по методу нейтрализации, осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления. Неводное титрование. Установка для кондуктометрического титрования.

## **Тема 3. Хроматографические методы анализа**

Классификация методов хроматографии: по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по механизму разделения, по технике выполнения.

Факторы, влияющие на эффективность и селективность разделения.

Количественный хроматографический анализ: метод нормировки, метод внутренней нормировки, метод внутреннего стандарта.



Методы идентификации веществ в хроматографии. Основные параметры хроматограммы, их определения, индексы удерживания Ковача и их свойства.

Общая характеристика ионной хроматографии. Принципы ионообменного разделения. Особенности строения и свойства сорбентов для ионной хроматографии. Практическое применение ионной хроматографии.

Хроматография на плоскости. Способы получения плоскостных хроматограмм. Бумажная хроматография. Тонкослойная хроматография. Области применения, преимущества и ограничения методов хроматография на плоскости.

Общая характеристика газо-жидкостной хроматографии. Подвижная и неподвижная фазы. Последовательность элюирования веществ из колонки. Коэффициент распределения, его физический смысл. Области применения, преимущества и ограничения газо-жидкостной хроматографии.

Общая характеристика колоночной хроматографии. Классификация методов. Сорбенты и носители, требования к ним. Процессы сорбции и распределения, происходящие в колонке. Области применения.

#### **Тема 4. Оптические методы анализа**

Общая характеристика спектроскопических методов. Электромагнитное излучение и его взаимодействие с веществом. Классификация методов.

Атомно-эмиссионный спектральный анализ. Методы атомизации, их достоинства и недостатки. Источники возбуждения. Механизм возникновения разрядов, характеристика источников возбуждения (дуговой разряд: дуга постоянного тока, дуга переменного тока, плазмотрон). Способы стабилизации дугового разряда. (Искровой разряд: конденсированная и управляемая искра, плазмотрон, полый катод, лазер как источник возбуждения в спектральном анализе). Схема и принцип действия.

Типы спектральных приборов. Приборы, используемые для регистрации эмиссионного спектра (кварцевые и с дифракционной решеткой). Основные характеристики спектральных приборов (дисперсия, разрешающая способность, светосила). Способы освещения щели.

Основы фотографического спектрального анализа. Аналитическая зависимость между интенсивностью и концентрацией. Зависимость между оптической плотностью и интенсивностью спектральных линий. Методы эмиссионного спектрального анализа: качественные, полуколичественные количественные методы. Метод трех эталонов. Метод постоянного графика. Метод добавок. Оценка источников ошибок в количественном спектральном анализе.

Атомно-абсорбционные методы анализа. Условия образования поглощающего слоя, поглощение световой энергии атомом, формирование аналитического сигнала. Связь оптической плотности с концентрацией элемента в пламени. Характеристика пламенных и непламенных способов атомизации пробы.

Основные узлы приборов атомно-абсорбционной спектроскопии: I) источники света (лампа с полым катодом); II) монохроматизаторы: 1) оптические фильтры (светофильтры), 2) призмы, 3) дифракционные решетки; III) отделение

для пробы (кюветные отделения); IV) приемники (дефлекторы) излучения: фотоэлементы.

Методы молекулярной спектроскопии. Молекулярная абсорбционная спектроскопия в видимой и УФ областях. Общая характеристика метода, его возможности, современное состояние и перспективы развития. Основные законы поглощения электромагнитного излучения. Спектры поглощения, связь между окраской вещества и спектрами поглощения. Физико-химические условия образования фотометрируемых аналитических форм.

Типы фотометрируемых систем. Общая характеристика реагентов, применяемых в фотометрии; требования к ним. Выбор оптимальных условий определения. Устранение влияния сопутствующих компонентов. Аппаратура и техника фотометрируемых измерений. Основные типы приборов, физические основы измерений. Методы количественного анализа: визуальные и объективные (методы сравнения, добавок, градуировочной характеристики).

Рефрактометрия. Сущность метода. Области применения. Устройство, принцип действия рефрактометров. Методы рефрактометрических исследований.

Контроль усвоения материала дисциплины осуществляется в течение семестра через защиту лабораторных работ, проведения письменной контрольной работы и контроля самостоятельной работы. Курс заканчивается выполнением 4-х часовой письменной зачётной работы.

### *Лекционные занятия*

Данный учебный курс по дисциплине «Физико-химические методы анализа» (ФХМА), как правило, начинается с лекций. Лекции – основная форма преподавания теоретического курса.

Вводная лекция. Курс ФХМА начинается с вводной лекции, в которой преподаватель знакомит обучающихся со структурой курса, методикой работы, рекомендует учебную литературу. Также первая тема посвящена обзору физико-химических методов анализа чтобы у обучающихся сформировалось представление о теоретических основах, лежащих в основе каждого метода исследования материальных объектов.

Основной лекционный курс состоит из отдельных тем: классификация физико-химических методов анализа и их общая характеристика; электрохимические методы анализа; хроматографические методы анализа; оптические методы анализа. Изложение ведется с современных позиций, сопровождается демонстрацией и дополняется примерами выполнения расчётов при обработке результатов анализа.

При изучении лекционного материала рекомендуется использовать учебники, конспекты лекций данного УМКД, учебные пособия, в том числе созданные сотрудниками кафедры.

Лекции в большей степени преследуют цели передачи информации, в виде изложения нового материала курса. Некоторые из важнейших задач лекционного курса – формирование умений выделения проблем, постановки и проверки

гипотез, систематическое усвоение современного состояния науки. Лекции закладывают основы научных знаний у студентов, являются методом и средством формирования научного мышления.

Лекции ориентируют студентов в наиболее сложных вопросах химических и физико-химических методов анализа. При активной работе студентов во время лекций значительно экономится время, поскольку материал учебника не может полностью заменить лекционный материал. В ходе лекции студенты должны иметь возможность с помощью преподавателя осваивать предлагаемую информацию, учиться слушать, обобщать, делать выводы, сжато фиксировать материал (составлять логические схемы, таблицы, выделять и фиксировать главную мысль). Лекционный материал будет полезен студентам для дальнейшей работы по программе курса.

Чтение лекций по химическим дисциплинам будет осуществляться в специализированной аудитории. Лекции сопровождаются показом подготовленных и проверенных заранее демонстрационных опытов, которые в лабораторных работах не повторяются. Опыты рекомендуется показывать по ходу лекции, они оживляют лекции и помогают закрепить излагаемый материал.

Лектор учитывает начальную подготовку слушателей и будущую специализацию студентов. Лектор имеет возможность активно влиять на восприятие подаваемой информации. Возможность личного общения студента с опытным преподавателем способствует повышению интереса к изучаемому предмету, пониманию важности приобретаемых знаний для будущей специальности.

Чтение лекции рекомендуется с использованием презентационных слайдов, на которых могут быть представлены таблицы, схемы, диаграммы, видеоролики химических опытов или промышленных установок.

Лекции дают принципиальные установки, которые затем развиваются, объясняются и иллюстрируются при выполнении практических занятий и лабораторных работ.

Именно лекциям принадлежит направляющая роль в организации всего учебно-воспитательного процесса, в координации всех других организационных форм обучения в высшей школе.

Лекционный курс состоит из 11 лекций (22 часа), что составляет около 20% общей трудоемкости дисциплины.

Посещение лекций не является обязательным компонентом допуска к зачёту, но лектор должен настоятельно рекомендовать студентам посещать лекции и активно работать на них. Это поможет структурировать, систематизировать материал и как результат успешно сдать зачёт.

### ***Практические занятия***

На практических занятиях по данной дисциплине, обучаемые отрабатывают навыки выполнения расчётов, для определения свойств исследуемых объектов и выбора инструментальных методов анализа, а также измерительных шкал.

Решение задач опирается на концепции, изложенные в лекционном курсе. Использование расчётных методик необходимо для статистической оценки результатов измерения, установления точности и достоверности измерений.

### ***Лабораторные работы***

Организация и проведение лабораторных работах служит достижению нескольких важных целей, включая следующие:

- разъяснение, обсуждение и углубление знаний по теоретическому материалу дисциплины;
- предоставление возможности студентам для обучения посредством обмена опытом и идеями по усвоению материала с другими студентами;
- приобретение студентами практических умений в работе с лабораторным оборудованием и химическими реактивами;
- предоставление возможности оказать студентам дополнительную помощь в подготовке к выполнению письменных самостоятельных заданий для защиты лабораторных работ, к зачёту, помимо советов содержащихся в данном руководстве и методических пособиях по темам курса.

В плане курса предусмотрено 6 лабораторных работ, которые проходят после изложения лекционного материала и прохождения практических занятий.

Руководством к содержанию и организации, и защите лабораторных работ рекомендуется пользоваться лабораторным практикумом.

После выполнения лабораторной работы студент должен не только представить отчет, согласно требованиям, установленными преподавателем, но и показать в беседе с преподавателем, что он в достаточной степени усвоил материал.

При оценке работы студента в практикуме большое внимание будет уделено не только результатам экспериментальных работ, но и технике их выполнения с учетом особенностей отдельных методов анализа. Например, при выполнении практических работ по хроматографии следует освоить технику заполнения колонки и нанесения смеси, научиться правильно наносить вещество на пластины тонкослойной хроматографии и подбирать элюент.

При выполнении экспериментальных работ в практикумах по инструментальным методам анализа необходимо иметь представление об основных узлах используемых приборов и принципе их работы, независимо от того, выполняет студент задачу самостоятельно или в присутствии инженера.

Кроме того, будет оцениваться качество оформления отчётов лабораторных работ.

### ***Самостоятельное изучение теоретического материала (ТО)***

Для самостоятельного изучения теоретического материала (ТО) студентам рекомендуются печатные и электронные ресурсы.

В самостоятельную работу входят: проработка лекций с использованием рекомендованной литературы, подготовка к лабораторным работам, подготовка ответов на контрольные вопросы, выполнение домашних заданий и др.

*Рекомендации по распределению времени.* В учебной программе курса на теоретическую самостоятельную работу предполагается 39,75 часа.

В целом, можно посоветовать студентам, заниматься самостоятельной теоретической подготовкой в среднем 2 часа в неделю.

Это время можно распределить на проработку собственного конспекта лекций, решение задач и подготовку к лабораторным работам.

### **Зачёт**

Дисциплина завершается зачётом.

Зачёт преследует несколько целей:

-служит стимулом, способствующим систематизации и усвоению теории курса;

-позволяет студенту продемонстрировать способность вспомнить, выбрать нужные теории и применить на практических примерах;

-предоставляет студенту возможность продемонстрировать знание некоторых теорий, которые изучаются только в режиме лекций и самостоятельной работы и их освоение не контролируется в течение семестра.

Для допуска к зачёту студенту необходимо выполнить и защитить все шесть лабораторных работ. Допуск к зачёту дает преподаватель, ведущий лабораторные работы.

Зачёт является обязательным элементом программы. Оценка за зачёт важна для студента, так как идет в диплом. В исключительных случаях, в случае очень успешной работы в течение семестра и выполнения дополнительной творческой работы, студент может получить оценку за зачёт автоматически.

Для подготовки к зачёту студентам предлагается перечень заданий, охватывающих и систематизирующих весь материал курса.

По структуре билеты состоят из двух теоретических вопросов и задачи. Действительное зачётное задание будет иметь ту же структуру, что и образцы.

Знакомство с образцами зачётных заданий поможет студенту подготовиться к зачёту и повторить пройденный материал, обсуждая его в учебной группе.

## УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КУРСА

Обсуждая общие принципы преподавания, в первую очередь нужно отметить следующие: фундаментальность подготовки, целенаправленность и возможность глубокой специализации, многоуровневость и непрерывность подготовки, индивидуализация, многообразие форм обучения, активизация научной работы преподавателей и студентов и ее соединение с учебной подготовкой.

Естественно, что конкретные формы организации и материального обеспечения процесса обучения химическим дисциплинам студентов технической специальности могут быть достаточно разнообразными.

Системный подход, предлагаемый при изложении материала, позволит выйти на уровень усвоения основных закономерностей в физико-химических методах анализа.

Следует отметить, что в электронной библиотеке института имеется литература для самостоятельного изучения дисциплины, которая представлена ниже.

### Основная литература

1. Александрова, Т. П. Физико-химические методы анализа : учебное пособие / Т. П. Александрова, А. И. Апарнев, А. А. Казакова. – Новосибирск : Новосибирский гос. технический ун-т, 2014. – 90 с.

### Дополнительная литература

2. Власова, Е. Г. Аналитическая химия: химические методы анализа : учебник / Е. Г. Власова ; под редакцией О. М. Петрухина, Л. Б. Кузнецовой ; художник В. Е. Шкерин. — 2-е изд. — М. : Лаборатория знаний, 2021. — 467 с. — ISBN 978-5-93208-502-8. — Текст : электронный // Лань : ЭБС. — URL: <https://e.lanbook.com/book/166725>.
3. Общая химия. Теория и задачи : учебное пособие для вузов / Н. В. Коровин, Н. В. Кулешов, О. Н. Гончарук [и др.] ; Под ред. проф. Н. В. Коровина и проф. Н. В. Кулешова. — 6-е изд., стер. — Санкт-Петербург : Лань, 2022. — 492 с. — Текст : электронный // Лань : ЭБС. — URL: <https://e.lanbook.com/book/183692>
4. Химия [Текст] : информационно-справочный материал / сост. В. В. Вайтнер, С. Н. Пазникова, И. М. Фоминых. – Екатеринбург : УрИ ГПС МЧС России, 2020 . – 22 с.