

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Пекаревский Борис Владимирович  
Должность: Проректор по учебной и методической работе  
Дата подписания: 11.01.2024 11:49:48  
Уникальный программный ключ:  
3b89716a1076b80b2c167df0f27c09d01782ba84



МИНОБРНАУКИ РОССИИ  
федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Санкт-Петербургский государственный технологический институт  
(технический университет)»

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по учебной и методической работе  
\_\_\_\_\_ Б.В.Пекаревский  
«20» марта 2017 г.

**Рабочая программа дисциплины**  
**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**  
(Начало подготовки – 2017 год)

Направление подготовки

**20.03.01 Техносферная безопасность**

Направленности программы бакалавриата

**Инженерная защита окружающей среды**

Квалификация

**Бакалавр**

Форма обучения

**Заочная**

Факультет **химии веществ и материалов**

Кафедра **аналитической химии**

Санкт-Петербург

2017

Б1.В.ДВ.04.02

## ЛИСТ СОГЛАСОВАНИЯ

Должность	Подпись	Ученое звание, фамилия, инициалы
Разработчик		Зарембо Д.В.

Рабочая программа дисциплины «Физико-химические методы анализа» обсуждена на заседании кафедры аналитической химии  
Протокол от «28» декабря 2016 № 4  
Заведующий кафедрой

В.И.Зарембо

Одобрено учебно-методической комиссией факультета химии веществ и материалов  
протокол от «16» марта 2017 № 6

Председатель

С.Г.Изотова

## СОГЛАСОВАНО

Руководитель направленности подготовки «Инженерная защита окружающей среды»		Г.К.Ивахнюк
Руководитель направления подготовки «Техносферная безопасность»		Т.В.Украинцева
Директор библиотеки		Т.Н.Старостенко
Начальник методического отдела учебно-методического управления		Т.И.Богданова
Начальник УМУ		С.Н.Денисенко

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы .....	04
2. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы.....	05
3. Объем дисциплины .....	05
4. Содержание дисциплины	06
4.1. Разделы дисциплины и виды занятий.....	06
4.2. Занятия лекционного типа.....	06
4.3. Занятия семинарского типа.....	07
4.3.1. Лабораторные занятия.....	07
4.4. Самостоятельная работа.....	07
5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине .....	07
6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации.....	08
7. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины .....	09
8. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины .....	09
9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.....	09
10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине	10
10.1. Информационные технологии.....	10
10.2. Программное обеспечение.....	10
10.3. Информационные справочные системы.....	10
11. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине.....	10
12. Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья .....	10
Приложения: 1. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации.	11

**1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы.**

В результате освоения образовательной программы бакалавриата обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения по дисциплине:

Коды компетенции	Результаты освоения ООП (содержание компетенций)	Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине
<b>ПК-15</b>	способностью проводить измерение уровней опасностей в среде обитания, обрабатывать полученные результаты, составлять прогнозы возможного развития ситуации	<b>Знать:</b> основные физико-химические методы анализа веществ <b>Уметь:</b> выполнять стандартные операции в зависимости от вида анализа <b>Владеть:</b> навыками математической обработки полученных результатов
<b>ПК-22</b>	способностью использовать законы и методы математики, естественных гуманитарных и экономических наук при решении профессиональных задач	<b>Знать:</b> сущность явлений, лежащих в основе физико-химических методов анализа <b>Уметь:</b> обоснованно выбирать оптимальный метод анализа в зависимости от содержания определяемого количества, природы анализируемого объекта <b>Владеть:</b> законами, на которых основываются физико-химические методы анализа

## 2. Место дисциплины в структуре образовательной программы<sup>1</sup>.

Дисциплина относится к вариативной части (Б1.В.ДВ.04.02) и изучается на 3 курсе.

В методическом плане дисциплина опирается на элементы компетенций, сформированные при изучении дисциплин «Математика», «Физика», «Общая и неорганическая химия», «Органическая химия».

Полученные в процессе изучения дисциплины «Физико-химические методы анализа» знания, умения и навыки могут быть использованы в научно-исследовательской работе и при выполнении выпускной квалификационной работы.

## 3. Объем дисциплины.

Вид учебной работы	Всего, академических часов
	Очная форма обучения
<b>Общая трудоемкость дисциплины</b> (зачетных единиц/ академических часов)	3/108
<b>Контактная работа с преподавателем:</b>	<b>12</b>
занятия лекционного типа	4
занятия семинарского типа, в т.ч.	-
семинары, практические занятия	-
лабораторные работы	8
курсовое проектирование (КР или КП)	-
КСР	-
другие виды контактной работы	-
<b>Самостоятельная работа</b>	<b>92</b>
<b>Форма текущего контроля</b> (Кр, реферат, РГР, эссе)	<b>2 Кр</b>
<b>Форма промежуточной аттестации</b> (КР, КП, зачет, экзамен)	зачет (4)

<sup>1</sup> Место дисциплины будет учитываться при заполнении таблицы 1 в Приложении 1 (Фонд оценочных средств)

#### 4. Содержание дисциплины.

##### 4.1. Разделы дисциплины и виды занятий.

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Занятия лекционного типа, акад. часы	Занятия семинарского типа, академ. часы		Самостоятельная работа, акад. часы	Формируемые компетенции
			Семинары и/или практические занятия	Лабораторные работы		
1.	Физико-химические методы анализа	4	-	8	92	ПК-15, ПК-22

##### 4.2. Занятия лекционного типа.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Инновационная форма
1	<u>Основы физико-химических методов анализа.</u> Основные понятия. Классификация физико-химических методов. Методы определения концентраций аналитов. Метрологические и аналитические характеристики.	1	-
1	<u>Спектроскопические методы анализа.</u> Атомно-эмиссионная спектроскопия. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. Фотометрические методы анализа. Инфракрасная спектроскопия. Люминесцентные методы анализа.	2	Слайд-презентация
1	<u>Хроматографические методы анализа.</u> Основные понятия. Классификация хроматографических методов анализа. Способы получения хроматограмм. Жидкостная хроматография. Газовая и газо-жидкостная хроматография.	1	Слайд-презентация

### 4.3. Занятия семинарского типа.

#### 4.3.1. Лабораторные занятия.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Примечание
1	<u>Фотометрические методы анализа.</u> Фотометрическое определение железа с сульфосалициловой кислотой.	4	
1	<u>Электрохимические методы анализа.</u> Кулонометрическое титрование раствора хлороводородной кислоты.	4	

#### 4.4. Самостоятельная работа обучающихся.

№ раздела дисциплины	Перечень вопросов для самостоятельного изучения	Объем, акад. часы	Форма контроля
1	Метрологические основы аналитической химии. Метрологические характеристики (диапазон определяемых содержаний, нижняя граница определяемых содержаний, предел обнаружения, воспроизводимость, правильность).	4	
1	Атомно-эмиссионный спектральный анализ.	8	Контрольная работа
1	Атомно-абсорбционный спектральный анализ.	8	Контрольная работа
1	Люминесцентные методы анализа.	10	Контрольная работа
1	Фотометрические методы анализа	10	Контрольная работа
1	Инфракрасная спектроскопия.	10	Контрольная работа
1	Электрохимические методы анализа.	16	Контрольная работа
1	Радиометрические методы анализа.	10	Контрольная работа
1	Хроматографические методы анализа.	16	Контрольная работа

### 5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине.

Методические указания для обучающихся по организации самостоятельной работы по дисциплине, включая перечень тем самостоятельной работы, формы текущего контроля по дисциплине и требования к их выполнению размещены в электронной информационно-образовательной среде СПбГТИ(ТУ) на сайте Медиа: <http://media.technolog.edu.ru>

## 6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации

Своевременное выполнение обучающимся мероприятий текущего контроля позволяет превысить (достигнуть) пороговый уровень («удовлетворительно») освоения предусмотренных элементов компетенций.

Результаты дисциплины считаются достигнутыми, если для всех элементов компетенций превышен (достигнут) пороговый уровень освоения компетенции на данном этапе.

Студенты выполняют две контрольные работы по разделу «Физико-химические методы анализа».

Пример контрольной работы №1 по разделу «Физико-химические методы анализа»:

1. Источники возбуждения, применяемые в атомно-эмиссионном спектральном анализе. Их характеристика.
2. Назначение и правила выбора светофильтров в фотометрических методах анализа.
3. В каком интервале длин волн проводят анализ по инфракрасным спектрам?
4. Найти концентрацию фотометрического реагента  $R$ , необходимую для связывания определяемого иона  $M$  в окрашенный комплекс  $MR$  на 99,5%. Общая концентрация иона  $M$  равна  $c(M)$ .
5. В чем сущность кулонометрического титрования при постоянном токе?
6. При прямом кулонометрическом определении меди на медном кулонометре было выделено 3,293г меди. Определить какое количество электричества было затрачено на выделение этой массы меди из раствора медного купороса?
7. Тонкослойная хроматография. Сущность и назначение.

Пример контрольной работы №2 по разделу «Физико-химические методы анализа»:

1. Основные приборы, применяемые в атомно-эмиссионном анализе и их назначение.
2. Понятие о характеристических частотах в инфракрасных спектрах поглощения.
3. С какой целью измеряют оптическую плотность раствора в кюветах с различной толщиной поглощающего слоя?
4. Измерения оптической плотности раствора в кюветах с толщиной слоя 2см и 5см составили, соответственно, 0,4 и 0,6. Какой вывод из этих данных можно сделать относительно соблюдения основного закона светопоглощения?
5. К какому типу электродов относится платина, погруженная в раствор, содержащий  $Fe(II)$  и  $Fe(III)$ ?
6. В каких реакциях стеклянный электрод является индикаторным?
7. Как рассчитывают условную площадь хроматографического пика на хроматограмме в газовой хроматографии?

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в форме зачета.

К сдаче зачета допускаются студенты, выполнившие все формы текущего контроля.

Зачет предусматривают выборочную проверку освоения предусмотренных элементов компетенций.

При сдаче зачета, студент получает три вопроса из перечня вопросов, время подготовки студента к устному ответу - до 30 мин.

Пример варианта вопросов на зачете:

### Вариант № 1

1. Спектрофотометрический и фотоколориметрический анализы. Различие. Преимущество.
2. Фотометрия пламени. Особенности и преимущества этого метода.
3. Классификация электрохимических методов анализа.

Фонд оценочных средств по дисциплине представлен в Приложении № 1.



## **7. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины**

### **а) основная литература:**

1. Аналитическая химия: учебник для студ. высш. учеб. заведений: в 3 т. / под ред. Л.Н. Москвина. – М.: Издательский центр «Академия», 2008 - 2010. – 3 т.
2. Основы аналитической химии: Учебник в 2 т. Т. 1. Большова Т.А., Брыкина Г.Д., Гармаш А.В., Золотов Ю.А. и др. / Под ред. Ю.А. Золотова. - 5-е изд. – М.: Академия, 2012. – 384с.
3. Основы аналитической химии: Учебник в 2 т. Т. 2. Алов Н.В., Барбалат Ю.А., Борзенко А.Г., Гармаш А.В., Золотов Ю.А. и др. / Под ред. Ю.А. Золотова. - 5-е изд. – М.: Академия, 2012. – 408с.
4. Булатов, М.И. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: учеб. пособие / М.И. Булатов, Т.Э. Маметнабиев, С.В. Харитонов. – СПб.: Наука, 2010. – 208с. + ЭБ

### **б) дополнительная литература:**

1. Колесников, А.А. Элементарные методы обработки результатов эксперимента: метод. указания / А.А. Колесников; СПбГТИ(ТУ). Каф. аналит. химии. – СПб., 2010. – 22с. + ЭБ + 2013 ЭБ
2. Булатов, М.И. Фотометрические методы анализа: учеб. пособие / М.И. Булатов, Т.Э. Маметнабиев; СПбГТИ(ТУ). Каф. аналит. химии. – СПб., 2008. – 92с. + ЭБ

### **в) вспомогательная литература:**

1. Пупышев, А.А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ / А.А. Пупышев. – М.: Техносфера, 2009. – 784с.
2. Бёккер, Ю. Спектроскопия / Ю. Беккер; пер. с нем. Л.Н. Казанцевой, под ред. А.А. Пупышева, М.В. Поляковой. – М.: Техносфера, 2009. – 527с.
3. Мак-Махон, Дж. Аналитические приборы / Дж. Мак-Махон. – СПб.: Профессия, 2009. – 351с.
4. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: В 2т. Т.1. Глубоков Ю.М., Головачева В.А., Дворкин В.И. / Под ред. А.А. Ищенко. – М.: Академия, 2010. – 352с.
5. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: В 2т. Т.2. Алов Н.В., Василенко И.А., Гольдштрах М.А. / Под ред. А.А. Ищенко. – М.: Академия, 2010. – 412с.

## **8. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины.**

учебный план, РПД и учебно-методические материалы:  
<http://media.technolog.edu.ru>

электронно-библиотечные системы:

«Электронный читальный зал – БиблиоТех» <https://technolog.bibliotech.ru/>;

ЭБС «Лань» <https://e.lanbook.com/books/>

## **9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.**

Все виды занятий по дисциплине «Физико-химические методы анализа» проводятся в соответствии с требованиями следующих СТП:

СТО СПбГТИ 020-2011. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лабораторные занятия. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 040-02. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лекция. Общие требования;

СТП СПбГТИ 048-2009. КС УКВД. Виды учебных занятий. Самостоятельная планируемая работа студентов. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 016-2015. КС УКВД. Порядок проведения зачетов и экзаменов.

Планирование времени, необходимого на изучение данной дисциплины, лучше всего осуществлять на весь семестр, предусматривая при этом регулярное повторение пройденного материала.

Основными условиями правильной организации учебного процесса для студентов является:

- плановость в организации учебной работы;
- серьезное отношение к изучению материала;
- постоянный самоконтроль.

На занятия студент должен приходить, имея багаж знаний и вопросов по уже изученному материалу.

## **10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине.**

### **10.1. Информационные технологии.**

В учебном процессе по данной дисциплине предусмотрено использование информационных технологий:

- чтение лекций с использованием слайд-презентаций;
- видеоматериалы.

### **10.2. Программное обеспечение.**

OpenOffice – свободный пакет офисных приложений.

### **10.3. Информационные справочные системы.**

Справочно-поисковая система «Консультант-Плюс».

## **11. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине.**

Для ведения лекционных занятий используется аудитория, оборудованная средствами оргтехники, на 40 посадочных мест.

Для проведения лабораторных занятий используются лаборатория физико-химических методов анализа, оборудованная фотоколориметрами, пересчетными системами, флуориметрами, стилоскопами, рН-метрами, фотометрами пламенными, хроматографами, кулонометрами, а также компьютерный класс с персональными компьютерами.

## **12. Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья.**

Для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями учебные процесс осуществляется в соответствии с Положением об организации учебного процесса для обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья СПбГТИ(ТУ), утвержденным ректором 28.08.2014г.

**Фонд оценочных средств  
для проведения промежуточной аттестации по  
дисциплине «Физико-химические методы анализа»**

**1. Перечень компетенций и этапов их формирования.**

Компетенции		
Индекс	Формулировка <sup>2</sup>	Этап формирования <sup>3</sup>
ПК-15	<b>способностью проводить измерение</b> уровней опасностей в среде обитания, <b>обрабатывать полученные результаты</b> , составлять прогнозы возможного развития ситуации	промежуточный
ПК-22	<b>способностью использовать законы и методы</b> математики, <b>естественных гуманитарных и экономических наук при решении профессиональных задач</b>	промежуточный

**2. Показатели и критерии оценивания компетенций на различных этапах их формирования, шкала оценивания.**

Показатели оценки результатов освоения дисциплины	Планируемые результаты	Критерий оценивания	Компетенции
Освоение раздела № 1	Знает сущность основных физико-химических методов анализа	Правильные ответы на вопросы № 4, 11-12, 14-19, 21-30, 33, 40-44, 48-50, 60-66, 68, 69 раздела 2 к зачету	ПК-22
	Умеет обосновать выбор метода анализа в зависимости от содержания определяемого вещества, природы анализируемого объекта.	Правильные ответы на вопросы № 5, 20, 45-47, 51-54, 58, 59 раздела 2 к зачету	ПК-15
	Умеет прогнозировать оптимальные условия проведения анализа	Правильные ответы на вопросы № 1-3, 6, 8-10 раздела 2 к зачету	ПК-22

<sup>2</sup> **жирным шрифтом** выделена та часть компетенции, которая формируется в ходе изучения данной дисциплины (если компетенция осваивается полностью, то фрагменты)

<sup>3</sup> этап формирования компетенции выбирается по п.2 РПД и учебному плану (начальный – если нет предшествующих дисциплин, итоговый – если нет последующих дисциплин (или компетенция не формируется в ходе практики или ГИА), промежуточный - все другие.)

Показатели оценки результатов освоения дисциплины	Планируемые результаты	Критерий оценивания	Компетенции
	Умеет оценивать метрологические характеристики результатов анализа	Правильные ответы на вопросы № 31-32, 70 раздела 2 к зачету	ПК15
	Владеет навыками работы с оборудованием для проведения физико-химических методов анализа.	Правильные ответы на вопросы № 7, 13, 34-39, 43, 55-57, 67 раздела 2 к зачету	ПК-15

Шкала оценивания соответствует СТО СПбГТИ(ТУ):  
по дисциплине промежуточная аттестация проводится в форме зачета, результат оценивания – «зачтено», «не зачтено».

### 3. Типовые контрольные задания для проведения промежуточной аттестации.

#### 3.1 Вопросы к зачету.

1. Электронные спектры поглощения молекул
2. Основной закон светопоглощения. Оптическая плотность. Правило аддитивности оптических плотностей.
3. Прочность окрашенных соединений и ее влияние на чувствительность и точность фотометрических определений
4. Постоянство состава окрашенных соединений. Причины нарушения состава и условия фотометрирования, обеспечивающие относительное постоянство состава окрашенных соединений.
5. Спектрофотометрический и фотоколориметрический анализы. Различие. Преимущество.
6. Спектральная область, в которой необходимо проводить фотометрическое определение. Возможные варианты.
7. Светофильтры и их назначение и правила их выбора.
8. Выбор реагента для проведения фотометрического анализа. Критерии выбора.
9. Влияние рН раствора на результаты фотометрического определения.
10. Выбор оптимальных условий проведения фотометрического анализа.
11. Механизм возникновения ИК-спектров.
12. Какие типы колебаний могут присутствовать в молекуле? Какие колебания атомов в молекуле проявляются в ИК- спектре.
13. Устройство и принцип действия ИК- спектрометра
14. Охарактеризуйте источники ИК – излучения. Какие требования к ним предъявляются.
15. Что такое характеристические частоты и от чего зависит их положение в ИК – спектре?
16. Что такое “область отпечатков пальцев”? Для чего она используется.
17. На чем основан качественный анализ методом ИК – спектроскопии? Как проводится определение качественного состава смеси веществ, идентификация чистого вещества.

18. На чем основан количественный анализ методом ИК- спектроскопии одного вещества и смесей веществ.
19. Понятие люминесценции.
20. Какова классификация методов люминесценции спектроскопии
21. Какой вид имеют спектры люминесценции молекул.
22. Сформулируйте правило Стокса - Ломмеля
23. Какова связь между спектром поглощения и люминесценции молекулы. Правило зеркальной симметрии (правило Левшина)
24. Виды тушения люминесценции.
25. Что такое квантовый выход люминесценции. Пути его повышения.
26. Как определяют концентрацию вещества по его люминесценции?
27. Каков механизм возникновения атомных эмиссионных спектров
28. Что такое ширина спектральной линии. Какие виды уширения спектральной линии Вы знаете.
29. Что является аналитическим сигналом для качественного и количественного спектрального анализа
30. Выбор линии для количественного определения элемента
31. Спектральные помехи влияющие на интенсивность спектральной линии. Пути их учета
32. Физико-химические помехи, влияющие на интенсивность спектральной линии. Пути их устранения.
33. Способы определения концентрации в эмиссионном спектральном анализе
34. Фотометрия пламени. Особенности и преимущества этого метода
35. Что такое атомизатор. Его роль в атомно-эмиссионном анализе
36. Пламя как источник возбуждения эмиссионных спектров, когда используется. Преимущества и недостатки.
37. Электрическая дуга и искра как источник возбуждения эмиссионных спектров, когда используются. Преимущества и недостатки.
38. Индуктивно- связанная плазма как источник возбуждения эмиссионных спектров, когда используется. Преимущества и недостатки.
39. Основные типы спектральных приборов, принцип их действия и назначение
40. Методы регистрации спектров. Сравните их достоинства и недостатки
41. Виды радиоактивного излучения и виды радиоактивного распада
42. Закон радиоактивного распада. Дайте определение постоянной распада, периода полураспада.
43. На каких механизмах взаимодействия излучения с веществом основаны важнейшие методы регистрации излучения. Устройство и принцип действия счетчика Гейгера.
44. Количественное определение элементов по их естественной радиоактивности
45. Методы, основанные на искусственной (наведенной) радиоактивности. Активационный анализ. Преимущества и недостатки метода.
46. Радиометрическое титрование. Сущность, преимущество и недостатки метода.
47. Метод изотопного разбавления. Особенности, преимущество и недостатки метода.
48. Способы классификации хроматографических методов анализа
49. Виды хроматограмм. Способ их представления
50. Хроматографические параметры, характеризующие поведение вещества
51. Жидкостная распределительная хроматография и ее отличие от экстракции.
52. Сущность ионнообменной хроматографии. Иониты и их физико-химические свойства.
53. Осадочная хроматография и ее варианты.
54. Сущность и виды газовой хроматографии. Механизмы разделения.
55. Газовый хроматограф и его основные узлы.

56. Детекторы, используемые в газовой хроматографии. Катарометр. Устройство и область применения.
57. Устройство и область применения плазменно-ионизационного детектора.
58. Применение газовой хроматографии для качественного и количественного анализа. Аналитические сигналы.
59. Классификация электрохимических методов анализа.
60. Прямая потенциометрия (ионометрия).
61. Потенциометрическое титрование. Способы нахождения конечной точки титрования.
62. Полярографический анализ. Вид полярографической кривой. Остаточный, диффузионный, предельный диффузионный токи.
63. Что является основой качественного полярографического анализа. Полярографический спектр.
64. Количественный полярографический анализ. Способы нахождения концентрации.
65. Виды современной полярографии (дифференциальная, разностная, инверсионная).
66. Амперометрическое титрование. Формы кривых титрования.
67. На чем основан кулонометрический анализ. Аппаратура для проведения кулонометрического анализа.
68. Прямая кулонометрия. Определение выхода по току.
69. Сущность кулонометрического титрования. Особенности и достоинства этого метода.
70. Метрологические и аналитические характеристики физико-химических методов.

#### **4. Темы курсовых работ или проектов, контрольные работы, задачи.**

##### **4.1 Контрольная работа №1.**

###### **Вариант 1**

1. Источники возбуждения, применяемые в атомно-эмиссионном спектральном анализе. Их характеристика.
2. Назначение и правила выбора светофильтров в фотометрических методах анализа.
3. В каком интервале длин волн проводят анализ по инфракрасным спектрам?
4. Найти концентрацию фотометрического реагента  $R$ , необходимую для связывания определяемого иона  $M$  в окрашенный комплекс  $MR$  на 99,5%. Общая концентрация иона  $M$  равна  $c(M)$ .
5. В чем сущность кулонометрического титрования при постоянном токе?
6. При прямом кулонометрическом определении меди на медном кулонометре было выделено 3,293г меди. Определить какое количество электричества было затрачено на выделение этой массы меди из раствора медного купороса?
7. Тонкослойная хроматография. Сущность и назначение.

###### **Вариант 2**

1. Понятие о гомологической (аналитической) паре спектральных линий. Характеристика этих линий.
2. Возможности использования инфракрасной спектроскопии для идентификации неорганических соединений.
3. Сущность явления люминесценции, виды люминесценции. Краткая характеристика.
4. Чему равна оптическая плотность раствора, светопоглощение которого составляет 50%?
5. Назовите методы индикации конечной точки потенциометрического титрования и их назначение
6. В чем сущность амперометрического титрования без индикатора. Кривые титрования.

7. Сущность хроматографии и классификация хроматографических методов.

### Вариант 3

1. Выполнение качественного анализа по спектрам сравнения элементов на спектрографе.
2. Краткая характеристика инфракрасных спектров поглощения. Их отличие от электронных спектров поглощения.
3. Чем отличается фотоколориметрия от спектрофотометрии?
4. При фотометрическом определении железа были получены параллельные значения массы (в мг): 0,30; 0,33; 0,27; 0,29; и 0,31. Вычислить относительное стандартное отклонение  $s_r$  найденной массы железа  $m(Fe)$ .

$$s_r = \frac{s_{m(Fe)}}{\bar{m}(Fe)},$$

где  $s_{m(Fe)}$  - стандартное отклонение;  
 $\bar{m}(Fe)$  - среднее значение массы железа.

5. В чем сущность потенциометрического титрования малых концентраций веществ по методу Грана?
6. В чем сущность амперометрического титрования с электроактивным индикатором, взаимодействующим с титруемым компонентом? Кривая титрования.
7. Колоночная хроматография. Сущность и назначение. Характеристика хроматографической колонки с помощью теории «теоретических тарелок».

### Вариант 4

1. Принципиальная схема измерения аналитического сигнала в атомно-абсорбционном анализе.
2. Принципиальная схема измерения оптической плотности раствора.
3. Прямые люминесцентные методы анализа. Сущность методов.
4. В чем проявляется преимущество ртутного капаящего электрода?
5. В чем сущность кулонометрического титрования веществ при постоянном (контролируемом) потенциале.
6. При кулонометрическом амперостатическом титровании раствора  $K_2Cr_2O_7$  электрохимически генерируемым  $Fe(II)$ , на восстановление ионов  $Cr_2O_7^{2-}$  понадобилось 25 минут при силе тока 200 мА. Определить массовое содержание  $K_2Cr_2O_7$  в растворе.
7. Графическое (на хроматограмме) время удерживания компонентов составило, соответственно, 3, 5, и 8 см. Высота всех пиков на хроматограмме одинаковая. Найти относительное содержание каждого из компонентов смеси.

### Вариант 5

1. Теоретическая основа атомно-эмиссионного спектрального анализа.
2. Применение органических растворителей в фотометрическом анализе, их назначение.
3. Почему в инфракрасных спектрах поглощения реализуются только колебательные и вращательные движения групп атомов?
4. Косвенные методы люминесцентного определения веществ.
5. Характеристика полярографической волны (полярограммы).
6. При кулонометрическом титровании раствора  $KMnO_4$  электрохимически генерируемыми ионами  $Fe(II)$  при постоянном напряжении первоначальный ток 150 мА линейно уменьшался во времени и через 120 сек. достигал нуля. Рассчитать концентрацию раствора  $KMnO_4$ , если для титрования было взято 3,5 мл анализируемого раствора.
7. При разделении 2-х компонентов приведенное время удерживания на хроматограмме первого компонента составило 5 см. Коэффициенты распределения для первого и второго компонентов равны, соответственно 20 и 30. Найти приведенное время удерживания второго компонента.

### Вариант 6

1. Источники инфракрасного излучения.
2. При какой кислотности раствора целесообразно проводить фотометрические реакции ионов металлов с анионами сильных кислот? Ответ аргументировать.
3. Рассчитать определяемый минимум фотометрического определения  $Fe(III)$  с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде. Толщина поглощающего слоя 5 см. Минимальный объем приготовленного окрашенного раствора составляет 25 мл, минимальное значение оптической плотности, измеряемое фотоколориметром  $A_{мин.} = 0,01$ . Среднее значение молярного коэффициента поглощения  $\varepsilon_{\lambda}$  окрашенного соединения равно  $4 \cdot 10^3$  л/моль·см.
4. Как проводят потенциометрическое определение малых содержаний веществ прямой потенциометрией?
5. Какие требования предъявляют к химической реакции, используемой в кулонометрическом титровании?
6. Определение абсолютного содержания веществ методом газовой хроматографии.
7. При разделении 2-х компонентов приведенное время удерживания на хроматограмме первого компонента составило 5 см. Коэффициенты распределения для первого и второго компонентов равны, соответственно 20 и 30. Найти приведенное время удерживания второго компонента.

### Вариант 7

1. Чем характеризуют количественно интенсивность спектральных линий?
2. Приемники инфракрасного излучения.
3. При фотометрическом определении железа были получены параллельные значения массы (в мг): 0,30; 0,33; 0,27; 0,29; и 0,31. Найти по этим данным доверительный интервал среднего значения массы  $Fe$  при доверительной вероятности 0,95. Коэффициент нормированных отклонений (квантиль Стьюдента) для 5-и параллельных определений  $t_{p,f} = 2,78$ .
4. Значение интенсивности люминесценции вещества, регистрируемое прибором, с учетом квантового выхода, составляет 0,1% от интенсивности возбуждающего света. Найти количество этого вещества, содержащееся в кювете объемом 10 мл и толщиной слоя 1 см. Молярный показатель поглощения возбуждающего света ( $\varepsilon_{\lambda}$ ) составляет  $5 \cdot 10^4$  л·моль<sup>-1</sup>·см<sup>-1</sup>.
5. В чем сущность потенциометрического титрования?
6. Какие типы химических реакций используют в амперометрическом титровании?
7. Ионообменная хроматография. Характеристика химических и сорбционных свойств ионитов, применяемых в ионообменной хроматографии.

### Вариант 8

1. Одновременное спектрофотометрическое определение 2-х компонентов при их совместном присутствии. Спектры перекрываются полностью.
2. Минимальная определяемая концентрация прямого люминесцентного метода и влияние на нее различных факторов.
3. Рассчитать условный коэффициент чувствительности (коэффициент Сендела)  $m_s$  для соединения  $Cu_2R$ , имеющего молярный коэффициент поглощения  $4 \cdot 10^4$  л/моль·см.
4. Какие электроды применяются в полярографии?
5. На чем основано кулонометрическое титрование? Какое условие должно обязательно соблюдаться, чтобы при определении массы анализируемого вещества (иона) можно было использовать закон Фарадея?
6. При кулонометрическом титровании  $1 \cdot 10^{-3}M$  раствора  $HCl$  конечная точка титрования была зафиксирована при  $pH=4$ . С какой погрешностью проведено титрование?



7. Приведенное время удерживания стандартных веществ *A*, *B*, и *C* на хроматограмме составляет, соответственно, 6, 12 и 18см. При анализе пробы время выхода индифферентного компонента на хроматограмме составило 6см, а компонента пробы – 18см. Какой компонент содержится в пробе?

### Вариант 9

1. Методы определения концентрации в атомно-абсорбционном анализе.
2. Основной закон светопоглощения и его применение в фотометрическом анализе.
3. От каких факторов зависит молярный коэффициент поглощения света?
4. Каким значением молярного коэффициента поглощения  $\epsilon_\lambda$  должно обладать фотометрируемое соединение, чтобы оптическая плотность раствора в кювете с толщиной слоя  $l=1\text{см}$  при концентрации  $1 \cdot 10^{-4}$  моль/л составила 0,3?
5. В каком режиме работы используется электрохимическая ячейка при потенциометрическом титровании?
6. При полярографическом определении методом добавок значения предельного диффузионного тока для исследуемого раствора и того же раствора с добавкой составили 1,05 и 1,25мкА, соответственно. Определить концентрацию исследуемого раствора, если концентрация добавки в растворе равна 2мг/мл.
7. Время выхода компонентов, регистрируемое на хроматограмме составляет, соответственно, 3, 6, и 10см. Высоты пиков первых 2-х компонентов одинаковы и в 2 раза больше, чем третьего. Найти относительное содержание компонентов в анализируемой смеси.

### Вариант 10

1. Принципиальная схема измерения интенсивности спектральных линий с помощью микрофотометра.
2. Спектрометрические методы определения концентрации органических веществ в инфракрасной области.
3. Квантовый и энергетический выход люминесценции, их взаимосвязь.
4. Относительная интенсивность люминесценции исследуемого раствора в единицах шкалы регистрирующего прибора равна 50 единицам. При добавлении в этот раствор 0,1мкг/мл определяемого вещества суммарная концентрация показала в тех же условиях относительную интенсивность в 75 единиц. Найти концентрацию исследуемого раствора.
5. Почему нельзя проводить кулонометрическое титрование в ячейке с неразделенной катодной и анодной частями?
6. Какие индикаторные электроды применяют в амперометрическом титровании?
7. Определение относительного содержания веществ в анализируемой смеси методом газовой хроматографии.

## 4.2 Контрольная работа №2.

### Вариант 1

1. Объясните, почему в атомно-эмиссионном спектральном анализе интенсивность аналитической линии измеряют, как правило, относительно некоторой линии сравнения?
2. Качественная идентификация органических веществ по инфракрасным спектрам поглощения.
3. Чувствительность люминесцентных методов анализа и факторы ее определяющие.
4. Способный к флуоресценции хелатный комплекс металла ( $M^{2+}$ ) образуется по реакции:  
$$M^{2+} + 2HR + 2H_2O \rightleftharpoons MR_2 + 2H_3O^+$$
  
При каком минимальном значении рН раствора эта реакция протекает количественно (на 99,9%), если равновесная концентрация реагента *HR* составляет  $1 \cdot 10^{-5}$  моль/л? (Конкурирующие реакции отсутствуют).

5. В каком режиме работы используется электрохимическая ячейка при кулонометрическом титровании?
6. В чем преимущество амперометрического титрования перед титрованием с визуальным индикатором?
7. Дифференциальная хроматограмма и ее характеристика.

### Вариант 2

1. Выполнение качественного анализа на стилоскопе.
2. Правило Стокса-Ломмеля.
3. Условный коэффициент чувствительности (коэффициент Сендела)  $m_s$  для светопоглощающего соединения  $Fe_2R$  составляет  $0,002 \text{ мг/см}^2$ . Найти для этого соединения величину кажущегося молярного коэффициента поглощения  $\epsilon_\lambda$  фотометрируемого соединения.
4. Объясните назначение полярографического фона.
5. В каких координатах строят кривую протолитического титрования по методу Грана?
6. Значения предельного диффузионного тока исследуемого раствора и раствора сравнения при одинаковых условиях полярографирования составили, соответственно 1,0 и 1,2 мкА. Концентрация раствора сравнения 1,2 мг/мл. Чему равна концентрация исследуемого раствора, если объемы растворов одинаковые?
7. При количественном определении в газовой хроматографии были использованы внешние стандарты, содержащие 3 мг/л и 7 мг/л определяемого вещества, площадь пиков которых на хроматограмме составила, соответственно, 9 и  $22 \text{ см}^2$ . Определить концентрацию этого вещества в анализируемой пробе, если при том же объеме введения пробы в испаритель хроматографа площадь пика составила  $18 \text{ см}^2$ .

### Вариант 3

1. Способы атомизации элементов в атомно-абсорбционном анализе и их краткая характеристика.
2. Определение концентрации веществ методом добавок. Сущность метода и его назначение. Аналитический и графический варианты.
3. Закон Вавилова.
4. Раствор, содержащий светопоглощающие комплексные соединения  $Cu$  и  $Ni$  фотометрируют при двух длинах волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ . Оптические плотности раствора при этих длинах волн в кювете с толщиной слоя 1 см равны, соответственно:  $A_{\lambda_1} = 0,45$  и  $A_{\lambda_2} = 0,25$ . Молярные коэффициенты поглощения комплексов равны:  $\epsilon_{Cu(\lambda_1)} = 2 \cdot 10^4$  л/моль·см;  $\epsilon_{Cu(\lambda_2)} = 1 \cdot 10^3$  л/моль·см;  $\epsilon_{Ni(\lambda_1)} = 5 \cdot 10^3$  л/моль·см; и  $\epsilon_{Ni(\lambda_2)} = 1 \cdot 10^4$  л/моль·см. Рассчитать по этим данным концентрации  $Cu$  и  $Ni$  в фотометрируемом растворе.
5. Потенциал полуволны в полярографии и его практическое использование.
6. При потенциометрическом титровании раствора  $Na_2CO_3$  эквивалентный объем 0,01 М раствора  $HCl$  составил 5 мл. Определить массовое содержание  $Na_2CO_3$  в титруемом растворе.
7. Коэффициент селективности  $\alpha$  двух разделяемых компонентов  $A$  и  $B$  равен 3 ( $\alpha = D_A/D_B = 3$ ). Приведенное время удерживания компонента  $A$ , регистрируемое графически на хроматограмме, составляет 9 см. Найти приведенное время удерживания на хроматограмме компонента  $B$ .

### Вариант 4

1. Количественное определение элементов методом твердого (постоянного) графика на спектрографе.
2. Сущность и назначение метода (способа) базисных линий в количественной инфракрасной спектроскопии.

3. Чему равно светопропускание раствора, оптическая плотность которого составляет 2,0?
4. Люминесцентный реагент *HR* является слабой кислотой с константой кислотной диссоциации  $\kappa_a=1 \cdot 10^{-4}$ . Какая должна быть концентрация реагента в растворе, чтобы при  $\text{pH}=4$  обеспечить 100%-ый избыток его реакционной формы *R*? Максимальная ожидаемая концентрация определяемого иона металла составляет  $1 \cdot 10^{-7}$  моль/л.
5. Как проводят графическое определение высоты полярографической волны?
6. Какой количественной характеристикой является число Фарадея (96500 кулонов)?
7. Какие аналитические сигналы используют в газовой хроматографии для качественной идентификации и количественного определения веществ?

### Вариант 5

1. Какие приемники (детекторы) используют при регистрации излучения?
2. Материалы, используемые в инфракрасных спектрометрах (оптика, кюветы).
3. Возможности использования люминесценции для качественной идентификации веществ.
4. При косвенном определении вещества по тушению люминесценции вспомогательного соединения его интенсивность уменьшилась в 2 и 4 раза по сравнению с первоначальной при концентрациях определяемого вещества 0,1мкг/мл и 0,2мкг/мл, соответственно. Найти неизвестную концентрацию этого вещества в исследуемом растворе, если интенсивность люминесценции при тех же условиях уменьшилась в 2,5 раза?
5. В каком случае используют неактивные (инертные) металлические электроды?
6. Почему при кулонометрическом титровании катодная и анодная части электролитической ячейки должны быть разделены полупроницаемой перегородкой или электролитическим мостиком?
7. Элюэнтная (проявительная) хроматография. Сущность и назначение. Понятие о ступенчатом (селективном) элюировании.

### Вариант 6

1. Построение дисперсионных кривых стилоскопа и спектрографа и их назначение.
2. Причины отклонений от основного закона светопоглощения.
3. Рассчитать массовое содержание *Pb* и *Vi* в смеси по светопоглощению водных растворов комплексонатов этих металлов при 240 и 365нм. Значения оптической плотности раствора смеси комплексонатов (*Pb-ЭДТА* и *Ni-ЭДТА*), измеренные в кювете с толщиной слоя 3см, составили, соответственно,  $A_{240}=0,87$  и  $A_{365}=1,24$ . Общий объем фотометрируемого раствора 50мл, значения молярных коэффициентов поглощения (в л/моль·см) равны:

	<i>ε<sub>Pb-ЭДТА</sub></i>	<i>ε<sub>Vi-ЭДТА</sub></i>
$\lambda=240\text{нм}$	8900	2800
$\lambda=365\text{нм}$	900	9900

4. Что характеризует высота полярографической волны?
5. Как устраняют мешающее влияние растворенного в воде кислорода в полярографии?
6. Раствор ионов *Fe(II)* оттитрован потенциометрически раствором *KMnO<sub>4</sub>* до потенциала 0,77В. Какова степень оттитрованности (или % оттитрованности) ионов *Fe(II)*, если стандартный электродный потенциал системы *Fe(III)/Fe(II)* при этих же условиях равен 0,77В?
7. Графическое время удержания компонентов, регистрируемое на хроматограмме составило, соответственно 2; 5 и 9см. Высоты пиков первых двух компонентов были одинаковыми, а последнего – в 3 раза больше первых. Найти относительное содержание компонентов в анализируемой смеси.

### Вариант 7

1. Атомно-абсорбционный анализ. Сущность метода.

2. Экстракционно-фотометрический метод определения концентрации веществ. Основные количественные характеристики экстракции и их назначение.
3. Спектры поглощения фотометрируемого соединения  $MR$  и добавленного в избытке фотометрического реагента  $R$  перекрываются. Объясните, при какой эффективной длине волны света необходимо проводить фотометрическое определение.
4. Количественная основа прямых люминесцентных методов анализа. Вывод уравнения линейной зависимости:  $I_{\text{люм}} = k \cdot c$ .
5. Почему концентрация полярографического фона должна значительно превышать концентрацию определяемого иона?
6. Раствор  $Fe(II)$  потенциометрическим методом оттитрован раствором  $Ce(IV)$  до потенциала 0,83В. Сколько процентов  $Fe(II)$  осталось неоттитровано, если стандартный потенциал системы  $Fe(III)/Fe(II)$  равен 0,77В.
7. Графическое (на хроматограмме) время удерживания компонентов составило, соответственно, 3, 5, и 8см. Высота всех пиков на хроматограмме одинаковая. Найти относительное содержание каждого из компонентов смеси.

### Вариант 8

1. Полуколичественная оценка содержания элементов с помощью стилоскопа и спектрографа.
2. Виды колебаний в инфракрасной области и их характеристика.
3. Люминесцентное определение концентрации веществ методом сравнения. Ограничения метода.
4. Измерения оптической плотности раствора в кюветах с толщиной слоя 2см и 5см составили, соответственно, 0,2 и 0,5. Какой вывод из этих данных можно сделать относительно соблюдения основного закона светопоглощения?
5. Охарактеризуйте электроды 1-го и 2-го рода. Как рассчитывают величину окислительно-восстановительного потенциала таких электродов?
6. Почему при прямых и косвенных кулонометрических определениях необходим 100%-ный выход по току?
7. Газовая и газо-жидкостная хроматография. Сущность и назначение.

### Вариант 9

1. Фактор (коэффициент) контрастности фотопластинки, его назначение и экспериментальное определение.
2. В каком случае при количественном определении в инфракрасной спектроскопии применение метода базисных линий не обязательно?
3. Что представляет собой резонансная люминесценция? Чем обусловлено антистоксово свечение?
4. Относительная интенсивность люминесценции стандартного раствора при концентрации 0,02мкг/мл равна 100 единицам по шкале регистрирующего прибора. Какую концентрацию имеет исследуемый раствор, если при тех же условиях измерения его относительная интенсивность люминесценции составила 80 единиц?
5. Каким функциональным уравнением связаны предельный диффузионный ток и концентрация деполяризатора в полярографии?
6. Почему возможности прямой кулонометрии имеют ограничения?
7. Бумажная осадочная хроматография. Сущность и назначение.

### Вариант 10

1. Основные приборы, применяемые в атомно-эмиссионном анализе и их назначение.
2. Понятие о характеристических частотах в инфракрасных спектрах поглощения.
3. С какой целью измеряют оптическую плотность раствора в кюветах с различной толщиной поглощающего слоя?

4. Измерения оптической плотности раствора в кюветах с толщиной слоя 2 см и 5 см составили, соответственно, 0,4 и 0,6. Какой вывод из этих данных можно сделать относительно соблюдения основного закона светопоглощения?
5. К какому типу электродов относится платина, погруженная в раствор, содержащий  $Fe(II)$  и  $Fe(III)$ ?
6. В каких реакциях стеклянный электрод является индикаторным?
7. Как рассчитывают условную площадь хроматографического пика на хроматограмме в газовой хроматографии?

#### 4.3 Задания для опросов.

##### 1. Вопросы для оценки знаний, умений и навыков, сформированных у студента по компетенции ПК-15:

1.1 Какая величина является аналитическим сигналом при количественном вольтамперометрическом определении?

- а) величина потенциала
- б) величина предельного диффузионного тока
- в) величина потенциала полуволны
- г) величина потенциала концентрационной поляризации

1.2 При какой кислотности раствора целесообразно проводить фотометрические реакции ионов металлов с анионами сильных кислот?

- а) в нейтральных средах,
- б) при любых значениях pH,
- в) в достаточно кислых средах,
- г) в узком интервале pH, где побочные реакции ионов металлов и реагента протекают в наименьшей степени.

1.3 При использовании газовой хроматографии в аналитической химии решают следующую задачу:

- а) проводят только качественную идентификацию неорганических веществ
- б) проводят только качественную идентификацию органических веществ
- в) выполняют качественные и количественные определения неорганических веществ
- г) выполняют качественные и количественные определения органических веществ

1.4 Определите, какие из перечисленных элементов не могут быть определены методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с использованием электрической дуги в качестве атомизатора:

- натрий
- хлор
- астат
- медь

##### 2. Вопросы для оценки знаний, умений и навыков, сформированных у студента по компетенции ПК-22:

2.1 Какое явление используют при косвенном люминесцентном определении веществ?

- а) Явление внутреннего фильтра
- б) Концентрационное тушение люминесценции
- в) Тушение люминесценции посторонними веществами

г) Ионообменные химические реакции, протекающие с образованием люминесцирующего вещества

2.2 Сущность рентгено-флуоресцентного анализа:

а) Рентгеновское излучение используется как источник возбуждения молекул определяемого соединения и возникающая при этом люминесценция пропорциональна их концентрации.

б) Спектры рентгеновского излучения являются основой качественного анализа веществ

в) Интенсивность поглощенного рентгеновского излучения пропорциональна концентрации поглощающего это излучение вещества.

г) Рентгено-флуоресцентный метод основан на вторичной эмиссии рентгеновских лучей при облучении образца полихроматическим рентгеновским излучением.

2.3 Выражение для основного закона светопоглощения имеет следующий вид:

а)  $I_0 = I \cdot 10^{-\varepsilon_\lambda c l}$  . б)  $I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon_\lambda c l}$  . в)  $I_0 = I \cdot 10^{-\varepsilon_\lambda l / c}$  .

г)  $I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon_\lambda l / c}$  .

2.4 Спектр люминесценции это:

а) Распределение интенсивности люминесценции по длинам волн  $\lambda_{\text{изл}}$  или частотам  $\nu_{\text{изл}}$  излучаемого свечения.

б) Распределение интенсивности люминесценции по длинам волн  $\lambda_{\text{изл}}$  или частотам  $\nu_{\text{возб}}$  возбуждающего света.

в) Зависимость интенсивности люминесцирующего вещества от концентрации исследуемого вещества.

г) Зависимость интенсивности люминесцирующего вещества от содержания примесей в образце.

**5. Методические материалы для определения процедур оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций.**

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в соответствии с требованиями СПбГТИ(ТУ)

СТО СПбГТИ(ТУ) 016-2015. КС УКВД. Порядок проведения зачетов и экзаменов.