

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского»

«Утверждаю»

Проректор по научной работе

_____ П.В. Прудников

« ____ » _____ 2022 г.

**Программа вступительного испытания
в аспирантуру по специальности**

1.4.2. Аналитическая химия

Омск
2022

ПРОГРАММА

1. Общее представление о химическом анализе

Химический анализ, его значение для науки, экономики, медицины, охраны окружающей среды. Объекты анализа. Качественный и количественный анализ. Объекты обнаружения и определения (аналиты), соответствующие им виды анализа (элементный, молекулярный, структурно-групповой, вещественный, фазовый и др.). Основные стадии анализа (пробоотбор, пробоподготовка, измерение, обработка результатов измерений). Методы анализа (химические, физические и биологические). Общая характеристика и классификация химических методов анализа. Общая характеристика и классификация физических методов. Методики анализа, требования к ним.

2. Метрологические основы химического анализа

Химический анализ как измерение количества вещества. Абсолютные и относительные погрешности количественного анализа. Случайные и систематические погрешности, способы их оценки. Правильность, прецизионность, точность результатов анализа. Причины возникновения систематических погрешностей. Способы проверки правильности результатов анализа: использование стандартных образцов, сопоставление данных, полученных разными методами, метод стандартных добавок и др. Проверка значимости систематических погрешностей (на фоне случайных). Необходимость холостого опыта.

Причины возникновения случайных погрешностей анализа. Статистическая обработка результатов при нормальном распределении случайных погрешностей. Грубые промахи и способы их выявления. Оценка сходимости (воспроизводимости) результатов анализа. Расчет и использование доверительных интервалов. Сопоставление результатов анализа (выборок).

Метрологические аспекты инструментальных методов анализа. Аналитический сигнал. Градуировочные функции. Фон, его происхождение и способы уменьшения. Чувствительность и селективность методик анализа. Предел обнаружения, его статистическая оценка.

Основные способы расчета содержания аналитов по величине аналитического сигнала: методы сравнения, градуировочного графика, добавок и т.д. Использование метода наименьших квадратов для построения градуировок.

3. Пробоотбор и пробоподготовка

Необходимость пробоотбора и пробоподготовки в ходе химического анализа. Виды проб (разовые, объединенные). Представительность пробы.

Способы пробоподготовки: измельчение, растворение, термообработка, обработка реагентами. Разложение органических веществ под действием окислителей, катализаторов, высоких температур, давления, высокочастотного разряда. Комбинирование разных воздействий в ходе сухой и мокрой минерализации. Концентрирование микропримесей и отделение мешающих компонентов. Предварительное окисление или восстановление аналитов, перевод их в летучие или окрашенные соединения (дериватизация).

4. Реакции и процессы, используемые в анализе

4.1. Общие закономерности

Практические требования к реакциям (процессам), используемым в анализе. Основные типы реакций, применяемых в химических методах анализа: кислотно-основные реакции, реакции комплексообразования, реакции окисления-восстановления. Процессы образования и растворения осадков. Необходимость и примеры управления равновесием химических реакций и межфазных переходов при проведении анализа (на основе принципа Ле Шателье). Факторы, влияющие на равновесие (концентрации реагентов, температура, природа растворителя, рН, конкурирующие реакции).

Формы существования веществ в растворе. Общие и равновесные концентрации. Концентрационные константы равновесий, их виды. Представление о термодинамических и условных константах равновесий; использование этих констант в аналитической химии.

4.2. Кислотно-основные реакции

Применение кислотно-основных реакций в анализе. Общее представление о кислотно-основном взаимодействии с позиций теории Бренстеда-Лоури. Автопротолиз. Лиат и лионий. Обобщенные представления о кислых, щелочных и нейтральных средах. Шкалы рН для разных растворителей. Классификация растворителей по способности к автопротолизу и роли в протолитическом процессе. Важнейшие неводные растворители.

Состояние растворенного вещества в растворах с разной кислотностью. Ионные диаграммы, их построение и использование. Прогнозирование рН растворов разного типа. Буферные системы, механизм буферного действия. Буферные растворы, применяемые в анализе. Выбор буферного раствора для создания желаемого рН.

4.3 Реакции комплексообразования

Применение реакций комплексообразования в анализе. Ступенчатый характер комплексообразования в растворе. Количественные характеристики равновесия комплексообразования: общие и ступенчатые константы устойчивости; закомплексованность. Факторы, влияющие на равновесие комплексообразования, управление этим процессом. Важнейшие органические реагенты (лиганды), применяемые для разделения, обнаружения, маскирования и количественного определения ионов металлов. Влияние комплексообразования на процессы осаждения и растворения, кислотно-основное равновесие, окислительно-восстановительные свойства веществ в ходе анализа.

Классификация комплексных соединений, важнейшие комплексные соединения, используемые в анализе. Координационное число, дентатность, хелаты, внутрикомплексные соединения. Степень образования, среднее координационное число. Маскирование. Выбор природы и концентрации маскирующего реагента.

4.4 Окислительно-восстановительные реакции

Применение редокс-реакций в анализе. Важнейшие окислители и восстановители, используемые в анализе; оценка их силы. Способы направленного изменения силы окислителей и восстановителей. Стандартные и формальные редокс-потенциалы. Способы измерения и расчета равновесных редокс-потенциалов. Предсказание направления редокс-процесса в растворе. Расчет констант редокс-равновесия с помощью потенциалов. Факторы, влияющие на положение равновесия при проведении редокс-реакций в растворах, учет этих факторов при проведении анализа.

Устойчивость растворов окислителей и восстановителей с учетом их взаимодействия с водой, кислородом, а также дисмутации. Влияние pH на устойчивость растворов окислителей и восстановителей. Скорость и механизм редокс-процессов. Обратимые и необратимые полуреакции.

4.5 Процессы осаждения и соосаждения

Использование процессов осаждения-растворения в химическом анализе. Равновесие в системе раствор - осадок. Произведение растворимости и растворимость малорастворимых соединений, взаимосвязь этих величин. Факторы, влияющие на растворимость осадков: концентрация осадителя, величина pH, протекание реакций комплексообразования, температура и ионная сила раствора, природа растворителя. Расчет концентрации осадителя, обеспечивающей необходимую полноту осаждения. Возможность разделения аналитов при варьировании концентрации осадителя.

Аморфные и кристаллические осадки, механизм их формирования. Зависимость размеров частиц осадка от скорости образования первичных центров кристаллизации и скорости их роста. Загрязнение осадков посторонними веществами: совместное осаждение; последующее осаждение; соосаждение. Виды соосаждения: изоморфизм; окклюзия; адсорбция. Положительное и отрицательное значение явления соосаждения в анализе.

5. Методы обнаружения и идентификации

Типовые задачи, решаемые в ходе качественного анализа (классификация веществ, опознание пробы как целостного объекта, обнаружение некоторого компонента, установление качественного состава исследуемого вещества, в том числе неизвестного). Свойства индивидуальных веществ, используемые для их опознания. Характеристические свойства атомов, молекул, фаз и т.п., используемые для их обнаружения в объектах сложного состава (аналитические признаки). Интерпретация результатов качественного анализа. Общее представление об идентификации веществ с использованием эталонов.

Химические методы обнаружения веществ. Реакции обнаружения и разделения. Качественные реакции, используемые для обнаружения ионов в растворе, примеры таких реакций и их аналитические эффекты. Дробный и систематический анализ смесей ионов, схемы проведения качественного анализа с применением групповых реагентов. Инструментальные методы обнаружения и идентификации веществ.

Использование спектральных, электрохимических, хроматографических и других характеристических свойств для опознания веществ. Базы данных по характеристическим свойствам веществ. Применение компьютерной техники в инструментальных методах качественного анализа.

6. Гравиметрический анализ

Принципы и аналитические возможности гравиметрического анализа, основные области его применения. Техника и точность взвешивания. Варианты гравиметрии (методы осаждения, отгонки и др.). Общая схема гравиметрического определения веществ методом осаждения. Важнейшие органические и неорганические осадители, их выбор. Требования к осаждаемой и гравиметрической формам. Расчет результатов гравиметрического анализа. Примеры его практического использования.

Возможные источники погрешностей в гравиметрическом анализе. Техника метода. Правила получения осадков разного типа (правила Тананаева). Гравиметрический фактор (аналитический множитель). Выбор массы навески, выбор объема осадителя, выбор pH осаждения, оценка потерь при осаждении и промывании.

Прямые и косвенные методы отгонки. Общее представление об элементном анализе органических веществ с гравиметрическим окончанием.

7. Титриметрический анализ

7.1. Общее представление о титриметрическом анализе

Принципы титриметрического анализа, его преимущества и ограничения. Области применения титриметрического анализа. Классификация титриметрических методов. Требования, предъявляемые к реакциям, проводимым в ходе титрования. Понятие о точке эквивалентности и конечной точке титрования (к.т.т.). Индикаторы, общие требования к ним. Применение инструментальных методов для регистрации кривых титрования и нахождения точки эквивалентности. Кривые титрования. Скачок титрования. Границы скачка, обеспечивающие заданную точность определения к.т.т.

Расчет результатов анализа при проведении прямого, обратного и заместительного титрования.

Приготовление и стандартизация рабочих растворов. Первичные стандарты, требования к ним. Вторичные стандарты. Фиксаналы. Техника титриметрии. Автоматизация титрования. Эквиваленты веществ в реакциях разного типа.

7.2. Кислотно-основное титрование (метод нейтрализации)

Определяемые вещества, основные титранты, стандартные вещества. Области практического применения кислотно-основного титрования. Кривые титрования сильных и слабых протолитов. Влияние природы и концентрации титруемого вещества на вид кривой титрования. Высота скачка в разных условиях. Предельное разбавление титруемого раствора. Общее представление о титровании многопротонных кислот (оснований) и смесей разных кислот (оснований). Выбор кислотно-основного индикатора с учетом состава раствора в точке эквивалентности.

Ионно-хромофорная теория кислотно-основных индикаторов. Интервал перехода окраски, показатель титрования. Выбор индикатора по кривой титрования. Прогнозирование индикаторных погрешностей. Применение неводных растворителей в методе нейтрализации. Влияние природы растворителя на высоту скачка. Дифференцирующие и нивелирующие растворители. Выбор растворителя для разных аналитических задач.

7.3. Комплексометрическое титрование

Реакции комплексообразования в титриметрическом анализе. Выбор титранта. Использование полидентатных лигандов (аминополикарбоновых кислот и др.) в качестве титрантов. Аналитические возможности комплексонометрии. Относительная устойчивость комплексонов разных металлов. Влияние pH на равновесие взаимодействия ионов металлов с комплексонами. Использование условных констант для определения возможности и порядка титрования металлов комплексонами. Селективность комплексонометрического титрования и способы ее повышения.

Кривые комплексонометрического титрования. Способы установления конечной точки титрования в комплексонометрии. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Химические реакции, протекающие с их участием в ходе титрования. Расчет результатов комплексонометрического титрования.

Состояние ЭДТА в водном растворе при разной величине pH, особенности взаимодействия ЭДТА с разными металлами. Выбор оптимального pH. Источники погрешностей при проведении комплексонометрического титрования (блокировка индикаторов и др.).

7.4. Окислительно-восстановительное титрование

Обзор реакций окисления-восстановления, используемых в титриметрическом анализе. Классификация методов. Построение логарифмических кривых редоксметрического титрования. Факторы, влияющие на характер кривой: различие в значениях формальных редокс-потенциалов, кислотность среды, комплексообразование, ионная сила. Способы контроля конечной точки титрования. Редокс-индикаторы. Принципы, преимущества, ограничения разных редоксметрических методов.

Предварительное окисление и восстановление определяемых веществ. Техника и специфические особенности методов перманганатометрии, йодометрии и иодиметрии, дихроматометрии. Первичные и вторичные стандарты в редоксметрии. Интервалы перехода окраски универсальных редокс-индикаторов. Источники погрешностей, связанных со сложным механизмом и замедленностью реакций, используемых для редоксметрического титрования. Химическая индукция, ее практическое значение. Предотвращение или подавление индуцированных реакций.

7.5. Осадительное титрование

Процессы осаждения в титриметрии. Важнейшие титранты-осадители. Аргентометрия. Кривые титрования. Способы фиксирования конечной точки титрования в аргентометрии: методы Мора, Фольгарда, Фаянса. Практическое применение осадительного титрования.

8. Кинетические и биохимические методы анализа

Скорость химической реакции как аналитический сигнал. Каталитические и некаталитические кинетические методы анализа, их чувствительность и селективность. Определение концентрации

реагентов с использованием кинетических данных (метод тангенсов, фиксированного времени и др.). Индикаторные реакции при определении катализаторов, требования к ним. Преимущества и ограничения кинетических методов анализа по сравнению с равновесными. Ферменты как биологические катализаторы. Общее представление о ферментативных методах анализа. Примеры определения ферментов, субстратов, активаторов и ингибиторов по скорости реакций с участием ферментов.

Общее представление о биохимических методах анализа. Использование ферментов, ДНК, РНК, антител, живых клеток и микроорганизмов в анализе (в частности, в виде тест-методов). Иммуноанализ и иммуноферментный анализ. Биосенсоры. Принципы функционирования и области применения биосенсоров. Классификация биосенсоров по природе биологического компонента и типу преобразователя сигнала (потенциометрические, амперометрические, оптические и другие сенсоры). Примеры применения биосенсоров. Общее представление о биологических методах анализа.

9. Электрохимические методы анализа

9.1. Общая характеристика электрохимических методов

Общий обзор и классификация электрохимических методов анализа. Области их применения, преимущества и ограничения.

Электрохимические ячейки. Электроды. Равновесные и неравновесные электрохимические системы. Сопоставление аналитических возможностей (пределы обнаружения, избирательность, точность и т.п.) электрохимических методов, их роль в практике анализа.

9.2. Потенциометрия

Потенциал электрода как аналитический сигнал. Уравнение Нернста. Классификация электродов по механизму возникновения потенциала. Металлические и мембранные (ион-селективные) электроды. Электроды сравнения и индикаторные электроды. Аналитические возможности метода прямой потенциометрии (ионометрии). Измерение pH с использованием стеклянного индикаторного электрода. Потенциометрическое титрование. Преимущества и ограничения метода по сравнению с прямой потенциометрией. Особенности потенциометрического титрования с применением реакций разного типа. Нахождение точки эквивалентности по кривой потенциометрического титрования (дифференциальный метод, метод трех касательных и др.).

Аппаратура для измерения разности электродных потенциалов. Способы расчета концентрации аналита по результатам потенциометрических измерений.

9.3. Вольтамперометрические методы

Общий принцип и классификация вольтамперометрических методов. Классическая полярография. Поляризация ртутного электрода. Преимущества и недостатки ртутного электрода. Общая характеристика полярографической кривой. Диффузионный ток. Назначение фона. Зависимость диффузионного тока от различных факторов. Уравнение Ильковича. Уравнение полярографической волны Ильковича-Гейровского. Потенциал полуволны как качественная характеристика депольаризатора, определение потенциала полуволны. Расчет результатов полярографического анализа. Ограничения и недостатки классической полярографии.

Современные вольтамперометрические методы. Применение твердых электродов.

Амперометрическое титрование (кривые титрования, выбор потенциала, электроды). Особенности амперометрического титрования с одним и двумя поляризованными электродами; объекты анализа, характеристики метода.

Инверсионная вольтамперометрия: принцип метода, расчет результата анализа, преимущества ИВА по сравнению с другими вольтамперометрическими методами. Аналитические возможности и практическое применение современных вольтамперометрических методов.

9.4. Кулонометрия и электрогравиметрия.

Общие принципы и теоретические основы кулонометрии. Законы Фарадея. Способы определения количества электричества, затраченного на электролиз исследуемого раствора; применение кулонометров. Кулонометрия при постоянном токе и постоянном потенциале. Метод прямой кулонометрии. Расчет результата анализа.

Кулонометрическое титрование. Способы генерации титранта. Определение конечной точки титрования. Преимущества и ограничения метода кулонометрического титрования по сравнению с классическими вариантами титриметрии. Примеры практического применения кулонометрических методов.

Принципы, преимущества, область применения электрогравиметрии. Аппаратура. Расчет напряжения разложения. Перенапряжение.

9.5. Кондуктометрия.

Принципы кондуктометрического анализа. Возможности метода и области его практического применения. Измерение электропроводности растворов. Связь удельной электропроводности с

концентрацией определяемого вещества. Прямая кондуктометрия. Кондуктометрическое титрование. Прогнозирование кривых кондуктометрического титрования с учетом подвижности ионов.

10. Спектроскопические методы анализа

10.1. Общее представление о спектроскопических методах

Общие принципы и классификация спектроскопических методов анализа. Абсорбционные и эмиссионные методы. Значение разных спектроскопических методов в практике химического анализа.

Диапазоны электромагнитного излучения, в наибольшей степени применяемые в анализе (ИК-излучение, видимый свет, УФ-излучение, рентгеновские лучи). Энергии квантов и длины волн (частоты, волновые числа), соответствующие разным диапазонам. Монохроматическое и полихроматическое излучение. Общее представление о спектрах. Классификация спектров (спектры испускания и поглощения, атомные и молекулярные спектры). Энергетические переходы в атомах и молекулах, приводящие к возникновению спектров разного типа. Способы регистрации спектров. Использование спектральных данных для установления структуры молекул, идентификации веществ, количественного определения веществ, анализа смесей.

Спектральные приборы, их классификация. Основные узлы спектрального прибора. Источники излучения. Способы монохроматизации. Приемники излучения: фотоэмульсии, фотоэлементы, фотоумножители, диодные линейки и другие мультисенсорные устройства. Графическое представление атомных и молекулярных спектров. Характеристики спектральных линий и пиков: длина волны, интенсивность, полуширина. Связь интенсивности излучения (поглощения) с вероятностью соответствующих энергетических переходов.

10.2. Методы атомной спектроскопии

Принцип и основные стадии атомно-эмиссионного спектрального анализа (АЭС). Способы атомизации пробы и возбуждения атомов: пламя, электрическая дуга, искровой разряд, индуктивно-связанная плазма и др. Аналитические возможности АЭС при использовании разных источников возбуждения (определяемые элементы, пределы обнаружения, точность определения и др.). Способы регистрации спектров и необходимая для этого аппаратура. Опознавание элементов по положению спектральных линий. Уравнение Ломакина-Шейбе. Способы расчета результатов количественного анализа, области и примеры его практического применения.

Принцип и основные стадии атомно-абсорбционного спектрального анализа (ААС). Схема атомно-абсорбционного спектрометра. Источники излучения (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра и др.), Пламенная и электротермическая атомизация пробы. Зависимость оптической плотности плазмы от содержания элементов в пробе. Факторы, влияющие на точность анализа. Области практического применения и аналитические возможности метода ААС.

Температура плазмы при использовании разных способов возбуждения, состояние вещества в плазме. Зависимость интенсивности спектральной линии от различных факторов. Выбор аналитической линии определяемого элемента. Процессы самопоглощения, ионизации, образования малолетучих соединений; влияние этих процессов на форму градуировочного графика. Метод пламенной фотометрии. Виды и температура пламени. Способы расчета результатов анализа в пламенной фотометрии. Аппаратура метода, его точность и пределы обнаружения.

Аналитические сигналы элементов при разных способах регистрации спектра. Абсолютное и относительное почернение фотопластинки. Метод гомологических пар и другие приемы повышения точности АЭС при использовании дугового разряда. Преимущества и ограничения АЭС с использованием индуктивно-связанной плазмы.

Метод «холодного пара» в ААС. Способы устранения влияния фонового поглощения и излучения. Преимущества, ограничения и недостатки метода ААС по сравнению с атомно-эмиссионными методами (точность, чувствительность, экспрессность и др.).

10.3. Методы молекулярной спектроскопии

Спектры поглощения молекул в видимой и УФ-областях спектра. Связь структуры молекулы с характеристиками спектра поглощения соединения в УФ- и видимой области. Органические и неорганические соединения, определяемые по собственному поглощению их растворов. Взаимодействие ИК-излучения с молекулами; спектры поглощения молекул в ИК-области. Характеристические частоты функциональных групп в органических соединениях.

Измерение светопоглощения растворов. Необходимость и выбор раствора сравнения. Количественные характеристики поглощения света, их взаимосвязь. Закон Бугера – Ламберта – Бера. Отклонения от закона, их причины и способы предупреждения. Основные схемы и узлы спектрометрической аппаратуры. Особенности аппаратуры, используемой в разных диапазонах длин волн. Спектрофотометрия и фотометрия, сопоставление возможностей и преимуществ. Выбор аналитической длины волны (светофильтра). Способы расчета концентрации аналита. Пределы обнаружения. Точность спектрофотометрического анализа в зависимости от светопоглощения

фотометрируемого раствора. Дифференциальная фотометрия. Анализ многокомпонентных систем. Фотометрические реакции, требования к ним.

Подготовки проб к анализу в методе ИК-спектроскопии. Особые варианты молекулярно-абсорбционной спектрометрии: визуальная колориметрия, экстракционно-фотометрический анализ, фотометрическое титрование. Использование спектров поглощения в разных диапазонах длин волн для идентификации веществ и структурно-группового анализа.

Общее представление о люминесценции, способах ее возбуждения и спектрах люминесценции. Виды люминесценции (флуоресценция, фосфоресценция). Регистрация спектров возбуждения и испускания люминесцирующих веществ. Идентификация люминесцирующих веществ. Количественный люминесцентный анализ: определяемые вещества, связь интенсивности люминесценции с концентрацией, пределы обнаружения, точность метода. Практическое применение люминесцентного анализа.

Основные закономерности молекулярной люминесценции: независимость спектра люминесценции от длины волны возбуждающего света, закон Стокса – Ломмеля, правило Левшина, закон Вавилова. Тушение люминесценции (температурное, концентрационное, посторонними примесями). Анализ смесей люминесцирующих веществ. Эффект Шпольского. Спектрофлуориметры. Применение и выбор первичных и вторичных светофильтров.

Применение рентгеновских лучей

Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Рентгенофазовый анализ. Получение и интерпретация дифрактограмм. Практические применения рентгенофазового анализа. Рентгеноструктурный анализ. Обзор методов рентгеноспектрального анализа. Метод электронного зонда и его применение для локального элементного анализа. Основы качественного и количественного рентгенофлуоресцентного анализа. Области применения, возможности, преимущества и ограничения этого метода.

11. Общее представление о других инструментальных методах

11.1. Масс-спектрометрия

Общие принципы масс-спектрометрии. Схема и основные узлы масс-спектрометра. Важнейшие способы ионизации. Типы масс-анализаторов. Получение масс-спектров. Применение масс-спектрометрии для элементного и изотопного анализа. Идентификация и определение органических веществ. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой. Аналитические возможности и области применения масс-спектрометрического анализа.

11.2. Термические методы

Классификация методов термического анализа. Термогравиметрия, термический анализ, дифференциальная сканирующая калориметрия. Термопары. Комбинированные термические методы анализа. Дериватографы. Синхронные термоанализаторы. Применение методов для исследования физико-химических свойств и анализа веществ и материалов.

12. Экстракционные и сорбционные методы разделения и концентрирования

Необходимость разделения и концентрирования микропримесей. Классификация методов по типу используемых фазовых равновесий. Количественные характеристики: коэффициент распределения, степень извлечения, степень разделения.

Экстракция как метод разделения и концентрирования. Теоретические основы метода. Закон распределения Берглю – Нернста. Количественные характеристики. Факторы, влияющие на степень извлечения при однократной экстракции. Степень извлечения при многократной экстракции. Выбор pH экстракции. Важнейшие экстрагенты и требования к ним. Экстракционные реагенты при извлечении металлов. Экстракция хелатов: влияние концентрации реагента, величины pH. Практическое использование экстракции.

Сорбция как способ концентрирования. Механизм сорбции. Сорбенты, используемые при концентрировании микропримесей. Активные угли. Кремнеземы. Ионный обмен в анализе. Синтетические ионообменные смолы, их классификация и свойства. Практическое применение ионного обмена.

13. Хроматографические методы

13.1. Теоретические основы и практическое использование хроматографии

Основные принципы хроматографического анализа. Классификация хроматографических методов по применяемым фазам, механизмам распределения, способам технической реализации. Скорость движения компонента через колонку как функция коэффициента распределения. Механизмы разделения компонентов пробы при прохождении через колонки разного типа.

Вид внешней хроматограммы. Параметры хроматографических пиков. Факторы, влияющие на положение пика, его ширину и площадь. Критерии разделения пиков. Опознание компонентов смеси по хроматограмме. Количественный хроматографический анализ: метод абсолютной калибровки, метод внутреннего стандарта, метод нормировки.

История хроматографии как аналитического метода (работы Цвета, Мартина и др.). Селективность и эффективность хроматографической колонки, оценка этих характеристик по виду хроматограммы, факторы влияющие на селективность и эффективность. Концепция теоретических тарелок. Прогнозирование возможности разделения двух веществ с учетом длины колонки. Кинетическая теория хроматографии, уравнение Ван-Деемтера, оптимальная скорость движения подвижной фазы. Относительные характеристики удерживания. Способы повышения надежности хроматографической идентификации.

13.2. Газовая хроматография

Общее представление о газоадсорбционной (ГАХ) и газожидкостной (ГЖХ) хроматографии. Схема газового хроматографа. Газы, используемые в качестве носителей. Основные типы детекторов: катарометры; пламенно-ионизационные детекторы; детекторы электронного захвата. Насадочные и капиллярные колонки. Сорбенты, применяемые в методе ГАХ. Носители и неподвижные жидкие фазы в методе ГЖХ. Преимущества, ограничения, области применения ГАХ и ГЖХ.

Требования к сорбентам и носителям. Требования к неподвижной жидкой фазе (НЖФ). Полярные и неполярные НЖФ. Выбор колонки. Программирование температуры хроматографической колонки. Аналитические возможности метода ГЖХ.

13.3. Жидкостная хроматография

Жидкостная колоночная хроматография. Применения и ограничения классической жидкостной хроматографии как метода анализа. Препаративная жидкостная хроматография.

Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Насосы, колонки, детекторы. Сорбенты и требования к ним, модификация поверхности сорбентов. Основные виды ВЭЖХ: аналитические возможности и определяемые вещества. Применение различных видов ВЭЖХ для анализа смесей органических соединений. Ионная хроматография как метод анализа смесей катионов (анионов). Преимущества и ограничения ВЭЖХ при проведении анализа реальных объектов.

Полярные и неполярные сорбенты. Нормальный и обращенно-фазовый варианты адсорбционной хроматографии. Выбор элюента и градиентное элюирование в методе ВЭЖХ. Устройство ионного хроматографа. Детектирование разделяемых ионов. Жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием аналитов (ЖХ-МС), другие гибридные методы. Эксклюзионная хроматография.

Жидкостная хроматография на плоскости (тонкослойная, бумажная). Получение и проявление плоскостных хроматограмм. Качественный и полуколичественный анализ смесей методом тонкослойной хроматографии (ТСХ). Области применения и аналитические возможности ТСХ.

14. Анализ реальных объектов

Классификация объектов анализа. Важнейшие объекты определения (в минеральном сырье, металлах и сплавах, биологических материалах и других объектах анализа). Основные этапы анализа. Выбор (разработка) методики. Способы проверки правильности анализа. Оценка необходимости разделения и концентрирования, выбор рационального метода концентрирования.

Особенности анализа объектов разного типа. Выбор метода анализа с учетом ожидаемого содержания (предельно допустимых концентраций) и других факторов. Объекты технического анализа (сырье, полупродукты, готовая продукция, стоки и газовые выбросы промышленных предприятий). Задачи и специфические особенности технического анализа как способа контроля качества. Технический анализ в металлургической промышленности, переработке нефти и других отраслях промышленности. Анализ функциональных материалов и особо чистых веществ. Объекты окружающей среды как объекты анализа (воздух, природные и сточные воды, почвы, донные отложения). Специфика анализа таких объектов.. Понятие о ПДК.

Основная литература для подготовки к экзамену (учебники)

1. Основы аналитической химии: учебник для студентов вузов. Т. 1. Общие вопросы. Методы разделения / под ред. Ю. А. Золотова. - 4-е изд., перераб. и доп. - М.: Академия, 2010.
2. Основы аналитической химии: учебник для студентов вузов. Т. 2. Методы химического анализа / под ред. Ю. А. Золотова. - 4-е изд., перераб. и доп. - М.: Академия, 2010.
3. Вершинин В.И., Власова И.В., Никифорова И.А. Аналитическая химия. М.: Лань 2019.
4. Аналитическая химия: учебник для студентов вузов. В 3 т. Т.3: Химический анализ / под ред. Л. Н. Москвина. - М.: Академия, 2010.

5. Новый справочник химика и технолога. Аналитическая химия. В 3 т. Под редакцией И.П.Калинкина. Т.1. СПб.: Мир и семья. 2002.
6. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: в 2 т. / Т. 1,2 / пер. с англ. А. Г. Борзенко и др.; под ред. Ю. А. Золотова; ред. Р. Кельнер и др. - М.: Мир: АСТ, 2004.
7. Кристиан Г. Аналитическая химия Т. 1,2 / Кристиан Г; пер. с англ. А. В. Гармаша, Н. В. Колычевой, Г. В. Прохоровой; - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009.
8. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2-х томах. М.: Техносфера, 2003.
9. Золотов Ю.А., Вершинин В.И. История и методология аналитической химии. М.: Издательский центр «Академия», 2007.

Дополнительная литература

1. Золотов Ю.А. Химические тест-методы анализа / Ю.А. Золотов, В.М. Иванов, В.Г. Амелин. – М.: УРСС, 2002.
2. Будников Г.К. Основы современного электрохимического анализа / Г.К. Будников, В.Н. Майстренко, М.Р. Веселов. – М.: Бином, 2003.
3. Марченко З., Бальцежак М. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе. М.: Бином. 2007.
4. Москвин Л. Н., Родинков О.В. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. Долгопрудный: Интеллект, 2011.
5. Вершинин В.И., Перцев Н.В. Планирование и математическая обработка результатов химического эксперимента. М.:Лань. 2019
6. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. М.:Бином, 2003.
7. Другов Ю.С., Родин А.А. Экологическая аналитическая химия. С-Пб.: Lab-press. 2002.
8. Объекты окружающей среды и их аналитический контроль. Книга 1-2. Под ред. Т.Н.Шеховцовой. Краснодар. 2007. 348 с.
9. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. М.: Химия.1984. 448 с.

Требования к вступительному испытанию: Вступительное испытание проводится в устной форме. На подготовку ответа по билету поступающему отводится 60 минут.

Структура билета:

Поступающему предлагаются три теоретических вопроса по различным темам, входящим в программу. При ответе на теоретические вопросы необходимо продемонстрировать общее понимание темы, уметь приводить примеры, формулировать основные результаты и уметь их четко обосновывать. Комиссия по результатам проверки решения может задать уточняющие вопросы, в том числе теоретического характера. В случае неполного ответа по билету преподаватель вправе задать дополнительные теоретические вопросы.

Критерии оценки:

Максимальная оценка за ответы на вопросы билета – 100 баллов, в т.ч.:

35 баллов за ответ на первый вопрос; 35 баллов за второй вопрос; 30 баллов за третий вопрос.

Уровень минимальной положительной оценки составляет 30 баллов, при условии ненулевого ответа на каждый из трех вопросов. Учитываются такие критерии, как полнота и правильность ответа на вопросы экзаменационного билета, логичное изложение и структурирование материала.