

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
ФГБОУ ВО «ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ»

УТВЕРЖДАЮ
Председатель приемной комиссии,
ректор ФГБОУ ВО «ВГУИТ»

_____ Попов В. Н.
«31» марта 2022 г.

ПРОГРАММА ВСТУПИТЕЛЬНОГО ИСПЫТАНИЯ

по научной специальности основной образовательной программы высшего образования – программы подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре

1.4.2 Аналитическая химия

Воронеж 2022

Программа предназначена для подготовки к сдаче вступительного экзамена в аспирантуру по научной специальности 1.4.2 Аналитическая химия. Она составлена в предположении, что экзаменуемый должен иметь достаточно широкое представление по общим вопросам аналитической химии, о наиболее широко применяемых методах анализа и роли каждого из них в общей системе анализа, уметь проводить обработку и оценку полученных аналитических данных.

Будущему кандидату наук следует знать современное состояние и тенденции развития аналитической химии и аналитической службы, состояние и организацию информационно-поисковой базы, иметь представление об основных аналитических центрах и сообществах.

Перечень разделов базовых дисциплин, выносимых на вступительное испытание:

1. Общие положения

1.1. Введение

Предмет, цели, задачи и особенности аналитической химии. Место аналитической химии среди других наук, ее значение для общества. Аналитические задачи – обнаружение, идентификация, определение и тестирование вещества. Методы аналитической химии, принципы их классификации. Основные характеристики методов – чувствительность, предел обнаружения и определения, диапазоны определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность, продолжительность, экономические показатели. Принцип, метод и методика анализа.

Виды химического анализа – изотопный, элементный, функциональный, молекулярный, вещественно-фазовый; макро-, микро- и ультрамикрoанализ, анализ следовых количеств; валовый и локальный; дистанционный и на месте; разрушающий и неразрушающий; непрерывный и периодический; внелабораторный (полевой). Анализ и контроль, их особенности. Аналитический скрининг, условия его применения.

1.2. Обеспечение химического анализа

Химические реактивы, их классификация и общая характеристика. Химическая мерная посуда и ее градуировка. Аналитические приборы – общая характеристика и требования к ним, класс точности, поверка и градуировка.

Математическое обеспечение, основные компьютерные программы. Информационные источники. Основные пути и приемы их поиска. Аналитический процесс как совокупность и единство этапов.

2. Методы анализа

Аналитический сигнал как информативная функция природы и состава вещества. Уравнение связи. Градуировка аналитического сигнала. Эталонные и градуировочные материалы (стандартные вещества и материалы), методы их приготовления и получения.

2.1. Химические методы

Химические превращения вещества – основа химических методов.

2.1.1. Химическое равновесие и его использование в анализе

Типы равновесий в растворах, Количественные характеристики равновесий, методы их определения и расчета, графическое представление.

Кисотно-основное равновесие. Сила кислот и оснований, закономерности их изменения. Вычисление рН растворов различных кислотно-основных систем. Неводные растворители, основные типы, применяемые в анализе. Влияние природы растворителя на силу протолитов.

Комплексообразование. Полидентатные лиганды, их природа и формы существования. Особенности взаимодействия и применения в анализе, способы повышения селективности их взаимодействия. Применение для определения катионов металлов, анионов и органических веществ в водных и неводных растворах. Перспективы использования.

Окислительно-восстановительные равновесия. Общая характеристика окислительно-восстановительной способности веществ. Использование уравнения Нернста для описания реакций. Управление реакциями.

Равновесие в системе осадок-раствор. Условия и механизм образования и растворения осадка. Гомогенное осаждение. Произведение растворимости (активности). Растворимость осадков; факторы, влияющие на него. Свойства осадков, их загрязнение.

2.1.2. Гравиметрические методы

Границы и области применения. Избирательность гравиметрических методов, Важнейшие неорганические и органические осадители. Общая схема гравиметрических определений. Требования к осаждаемой и взвешиваемой форме. Поведение осадков во времени и изменении условий их существования.

2.1.3. Титриметрические методы

Основные типы реакций титрования. Изменение концентрации веществ в процессе титрования. Графическое изображение процесса титрования. Априорные и экспериментальные условия осуществимости титрования веществ и их смесей с заданной погрешностью. Критерии

дифференцированного титрования. Титриметрическая система. Способы фиксации ее состояния. Основы визуальной индикации. Стандартные растворы, способы приготовления и стандартизации. Способы титрования, условия применения и возможности. Расчет концентрации и массы анализируемого вещества в каждом из них. Основы, принципы, аналитические особенности наиболее широко применяемых методов титрования.

2.1.4. Электрохимические методы

Классификация электрохимических методов по типам электродных процессов, измеряемым электрическим параметрам, способу выполнения. Классификация электрохимических методов по типам электродных процессов, измеряемым электрическим параметрам, способу выполнения определений. Обратимые и необратимые электрохимические процессы. Критерии обратимости.

Потенциометрия. Ионметрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Потенциометрическое титрование.

Кулонометрия. Кулонометрическое титрование, его возможности и преимущества.

Вольтамперометрия. Характеристики вольтамперограмм, используемые для изучения и определения органических и неорганических соединений. Прямые и косвенные вольтамперометрические методы.

Кондуктометрия. Прямая кондуктометрия и кондуктометрическое титрование.

2.2. Физические методы

Взаимодействие вещества с электромагнитным излучением, потоками частиц, магнитным полем – основа физических методов.

2.2.1. Методы атомной оптической спектроскопии

Атомные спектры испускания, поглощения и флуоресценции. Резонансное поглощение. Самопоглощение, ионизация. Аналитически линии, их зависимость от природы и концентрации определяемого компонента.

Атомно-эмиссионная спектроскопия. Способы возбуждения проб. Индуктивно связанная плазма. Лазерный зонд. Способы регистрации спектра. Идентификация элементов по спектрам испускания. Способы определения концентрации. Внутренний стандарт. Основные виды помех, способы их устранения. Применение.

Атомно-абсорбционная спектроскопия. Основы метода. Атомизаторы, источники излучения, условия проведения анализа. Способы подготовки

пробы. Помехи. Ограничения метода. Пределы обнаружения и избирательность. Применение.

Атомно-флуоресцентная спектроскопия. Основы метода. Источники возбуждения. Выбор условий анализа. Взаимное влияние элементов и устранение этих влияний. Количественный анализ. Применение.

2.2.2. Методы рентгеновской и электронной спектроскопии

Основные свойства и характеристики рентгеновского излучения. Спектры излучения, поглощения и флуоресценции, их связь со строением атома. Дифракция рентгеновских лучей. Способы измерения сигнала.

Рентгенофлуоресцентный анализ. Основы метода. Аналитические возможности и ограничения метода. Применение.

2.2.3. Методы молекулярной оптической спектроскопии

Молекулярный спектр испускания и поглощения. Основные характеристики соответствующих полос, их аналитическая значимость. Основные законы светопоглощения и испускания. Способы измерения аналитического сигнала.

Спектрофотометрия. Электронные спектры и энергетические переходы в молекулах. Способы монохроматизации излучения. Пути повышения избирательности определения. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Дифференциальная спектрофотометрия. Производная спектрофотометрия.

Флуориметрия. Люминесценция и молекулярная структура. Основные закономерности. Тушение люминесценции. Качественный и количественный анализ. Хемилюминесцентный метод.

2.2.4. Методы масс-спектрометрии

Основы метода. Основные способы образования ионов. Характеристика основных ионов. Масс-спектр, его интерпретация. Принцип работы и основные типы и характеристики масс-спектрометров. Качественный и количественный анализ по масс-спектрам. Хромато-спектральный анализ.

2.2.5. Ядерно-физические и радиохимические методы

Активационный анализ. Нейтронно-активационный анализ. Основные виды взаимодействия нейтронов с атомными ядрами. Источники нейтронов. Нейтронно-активационный анализ на тепловых и быстрых нейтронах.

Радиохимические методы: радиоактивных индикаторов и изотопного разбавления. Общая характеристика и применение.

3. Методы разделения и концентрирования

Место и значение методов разделения и концентрирования, тенденции развития. Принципы классификации, процессы и реакции, лежащие в основе методов. Принципы выбора метода.

3.1. Методы, основанные на образовании новой фазы

Осаждение и соосаждение. Основные типы неорганических и органических осадителей и соосадителей. Выбор условий проведения. Осаждение и соосаждение матрицы, микрокомпонента, с коллектором. Селективное растворение.

Испарение, сублимация и родственные методы. Классификация методов. Количественные характеристики.

3.2. Методы, основанные на различиях в распределении веществ между фазами

3.2.1. Методы, основанные на однократном равновесном распределении

Экстракция. Закон распределения. Основные количественные характеристики. Классификация. Физическое распределение. Основные типы экстрагентов. Синергизм. Газовая и флюидная экстракция. *Сорбция.* Основы метода. Классификация и количественное описание сорбционных процессов. Сорбция на активных углях, силикагелях, оксидах металлов, синтетических ионитах, комплексообразующих сорбентах.

3.2.2. Методы, основанные на многократном распределении. Хроматография

Основные понятия, теория равновесной хроматографии. Граничные условия применимости. Размывание хроматографических пиков и их разрешение. Уравнение Ван-Деэметра. Способы осуществления хроматографического процесса, элюирования и детектирования.

3.2.2.1. Газовая хроматография

Газо-адсорбционная хроматография. Изотермы адсорбции. Газы-носители и адсорбенты, требования к ним. Влияние температуры на удерживание и разделение. Детекторы. Применение.

Газо-жидкостная хроматография. Требования к носителям и неподвижным жидким фазам. Влияние природы жидкой фазы и разделяемых веществ на эффективность разделения. Реакционная газовая хроматография.

3.2.2.2. Жидкостная хроматография

Ионообменная хроматография. Неорганические и органические ионообменники и их свойства. Комплексообразующие ионообменники. Кинетика и селективность ионного обмена. Влияние

природы и состава элюента на эффективность разделения веществ. Применение.

Жидкостно-адсорбционная хроматография. Требования к адсорбентам и подвижной фазе. Влияние природы и состав элюента на эффективность разделения. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Детекторы. Применение для анализа сложных систем.

Гель-хроматография (гель-проникающая, гель-фильтрация). Механизм разделения. Характеристика гелей. Применение.

Жидкость-жидкостная (распределительная) хроматография. Разновидности метода в зависимости от полярности неподвижной фазы. Выбор условий разделения. Применение.

Аффинная хроматография. Основы метода, основные адсорбенты. Условия проведения. Применение.

3.3. Мембранные методы

Общие представления и характеристики. *Диффузионные методы.*

3.4. Методы внутрифазного разделения

Электромиграционные методы. Зонное и противоточноэлектромиграционное разделение, фронтальное разделение.

4. Хеометрика

4.1. Метрологические основы химического анализа

Химический анализ как метрологическая процедура. Градуировочная характеристика. Результат анализа как случайная величина. Погрешности, причины их возникновения; классификация. Случайные погрешности в химическом анализе. Воспроизводимость. Статистические критерии, их физическая сущность. Нормальное распределение, причины отклонения от него. Проверка нормального распределения результатов анализа. Построение гистограмм распределения. Критерий Пирсона. Статистическая обработка результатов серийных анализов. Выявление промахов. Сравнение двух (критерий Фишера) дисперсий, двух (критерий Стьюдента) средних результатов химического анализа. Систематические погрешности в химическом анализе. Правильность, способы ее проверки. Способ варьирования размера проб и способ добавок, их ограничения. Чувствительность. Коэффициент чувствительности. Предел обнаружения, нижняя граница определяемых содержаний, их статистическая оценка. Пути повышения чувствительности методик анализа. Применение регрессионного анализа для построения градуировочных зависимостей. Способы проверки адекватности

регрессионной модели. Нахождение содержания вещества по градуировочной зависимости, статистическая оценка результата. Метрологическое обеспечение контроля состава вещества и материалов. Аттестация и стандартизация методик. Аккредитация аналитических лабораторий.

5. Анализ конкретных объектов.

Неорганические соединения. Продукты неорганического производства, веществ высокой чистоты, полупроводниковых материалов; определение в них основного вещества, примесных и легирующих микрокомпонентов.

Органические вещества. Особенности анализа органических объектов. Типы аналитических задач в органическом анализе. Основные аналитические характеристики органических веществ. Идентификация органических веществ по простым физико-химическим константам. Элементный анализ. Определение C, H, N, S, O, галогенов. Функциональный анализ. Аналитическая форма, пути и способы перевода в нее определяемой функциональной группы. Типовые групповые реакции. Идентификация и определение структурных фрагментов. Молекулярный анализ. Особенности разделения органических веществ. Анализ органических объектов. Специфика аналитических проблем в производстве органических веществ и материалов. Определение следов органических веществ в различных объектах. Особенности определения металлов в органических объектах. Объекты окружающей среды. Основные источники загрязнений и основные загрязнители. Требования по чистоте; ПДК и их связь с чувствительностью. Сравнительная характеристика методов анализа объектов окружающей среды.

Анализ биологических и медицинских объектов. Санитарно-гигиенический контроль. Клинический анализ. Анализ пищевых продуктов. Определение основных компонентов и примесей. Анализ объектов окружающей среды (воды, воздуха, почвы, донных отложений, флоры). Основные источники загрязнений и основные загрязнители; методы их определения. Определение суммарных показателей (ХПК, БПК и др.).

Тест-методы.

6. Список рекомендуемой литературы

Основная

1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2-х т: Пер с англ./Под ред. Р. Кельнера, Ж.-М. Мерме, М. Отто, М. Видмера. – М.: «Мир»: ООО «Издательство АСТ», 2004. Т.1 – 608 с., Т.2. – 728 с.
2. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы.
3. Методы разделения. 351 с. Кн.2. Методы химического анализа. 494 с.: Учебник для вузов // Под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк.; 2006. 845 с.
4. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоподготовки и пробоотбора. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003.- 243 с.

5. Дворкин В.И.. Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа.- М.: Химия. 2001.- 263 с.

6. Доерффель К. Статистика в аналитической химии. Пер. с нем.- М.: Мир. 1994.- 268 с.

7. Электронные библиотечные системы ВГУИТ: <https://vsuet.ru/library/docs/resurces/biblioclub>

8. Подборка учебных пособий в Университетской библиотеке ONLINE (возможен вход через сайт ВГУИТ: https://biblioclub.ru/index.php?page=search_red)

9. Лебедев, А. Т. Масс-спектрометрия в органической химии : учебное пособие / А. Т. Лебедев. – 2-е изд., перераб. и доп. – Москва : Техносфера, 2015. – 704 с. : ил., табл., схем. – (Мир химии). – Режим доступа: по подписке. – URL: <https://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=496508> (дата обращения: 15.03.2022). – Библиогр.: с. 638-681. – ISBN 978-5-94836-409-4. – Текст : электронный.

10. Горбунова, Т. С. Измерения, испытания и контроль. Методы и средства: учебное пособие / Т.С. Горбунова ; Министерство образования и науки России, Казанский национальный исследовательский технологический университет. – Казань : Казанский научно-исследовательский технологический университет (КНИТУ), 2012. – 108 с. : ил. – Режим доступа: по подписке. - URL: <https://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=258770> (дата обращения: 15.03.2022). – Библиогр.: с. 103. – ISBN 978-5-7882-1321-7. – Текст: электронный.

11. Фролова, В. П. Век химии = Age of Chemistry (English for students of chemical direction): английский язык для студентов химического профиля : учебное пособие / В.П. Фролова, Л.В. Кожанова, Т.Ю. Чигирина ; науч. ред. Е. А. Чигирин. – 3-е изд., перераб. и доп. – Воронеж : Воронежский государственный университет инженерных технологий, 2019. – 201 с. – Режим доступа: по подписке. – URL: <https://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=601455> (дата обращения: 15.03.2022). – Библиогр.: с. 198. – ISBN 978-5-00032-419-6. – Текст : электронный.

Дополнительная:

1. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа: Учебник для вузов // Под ред. О.М. Петрухина.- Пер. с англ.- М.: Химия. 2001.- 496 с.

2. Аналитическая химия. Химические методы анализа // Под ред. О.М. Петрухина. М.: Химия 1992. - 400 с.

3. Глубоков Ю.М., Миронова Е.В. Титриметрический анализ. М.: МИТХТ, 2001.- 97 с.

4. Москвин Л.Н., Царицына Л.Г.. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии.- Л.: Химия. 1991.- 256 с.

5. Геккелер К., Экштайн Х.. Аналитические и препаративные лабораторные методы. Справ. изд. М.: Химия 1994.- 416 с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа: Пер. с англ.- М.: Мир. 1989.- 608 с.
7. Сакодынский К.И., Бражников В.В., Волков С.А. и др. Аналитическая хроматография.- М.: Химия. 1993.- 464 с.
8. Будников Г.К., Улахович Н.А., Медянцева Э.П.. Основы электроаналитической химии.- Казань: КУ. 1986.- 288 с.
9. Хавезов И., Цалев Д.. Атомно-абсорбционный анализ. Под ред. С.З. Яковлевой.- Л.: Химия. 1983.- 144 с.
10. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. Пер. с англ. // Под ред. А.И. Бусева.- М.: Химия. 1984.- 428 с.
11. Аналитическая химия: Учебник для вузов. // Под ред. А.А.Ищенко.- М.: Издательский центр «Академия», 2007.- 696 с. Новый справочник химика и технолога. Аналитическая химия. Ч. 1.- С.- Пб.: АНО НПО «Мир и Семья». 2002. – 964 с.
12. Евгеньев, М. И. Методы исследования качества продуктов питания : учебное пособие / М.И.Евгеньев, И.И.Евгеньева ; Казанский государственный технологический университет. – Казань : Казанский научно-исследовательский технологический университет (КНИТУ), 2010. – 290 с. : ил., схемы, табл. – Режим доступа: по подписке. – URL:<https://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=270578>(дата обращения: 15.03.2022). – Библиогр. в кн. – ISBN 978-5-7882-0853-4. – Текст : электронный.
13. Можно воспользоваться электронной библиотекой открытого доступа МГУ: <http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/analyt/welcome.html>
ВГУ: <https://lib.vsu.ru/zgate>

Примерный образец контрольно-измерительного материала

Минобрнауки России
Федеральное бюджетное государственное образовательное учреждение
высшего образования
«Воронежский государственный университет инженерных технологий»

Экзаменационный билет № 1

1. Равновесие в системе осадок-раствор. Условия образования и растворения осадка. Произведение растворимости (активности). Растворимость осадков; факторы, влияющие на нее. Методы аналитической химии, основанные на реакциях осаждения.

2. Жидкостно-адсорбционная хроматография. Требования к адсорбентам и подвижной фазе. Влияние природы и состав элюента на эффективность разделения. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Детекторы. Применение для анализа сложных систем.

3. Обоснование способа определения предполагаемых объектов исследования.