

РАЗРАБОТАНА

Кафедрой аналитической
и физической химии

Протокол № 4 от 27.02.2014

УТВЕРЖДЕНА

Ученым советом
Химического факультета

Протокол № 8 от 13.03.2014

ПРОГРАММА ВСТУПИТЕЛЬНОГО ЭКЗАМЕНА

**для поступающих на обучение по программам подготовки научно-
педагогических кадров в аспирантуре в 2014 году**

Направление подготовки 04.00.00 «Химия»

Профиль подготовки 02.00.02 «Аналитическая химия»

Астрахань – 2014 г.

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

В данной программе представлены вопросы для поступающих на обучение по программам подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре по направлению подготовки «Аналитическая химия». Поступающие на обучение по программам подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре сдают вступительные испытания в соответствии с федеральным государственным образовательным стандартом высшего профессионального образования (уровень специалиста или магистра).

Список вопросов отражает перечень основных тем дисциплины «Аналитическая химия» и даёт возможность оценить качество знаний студентов, поступающих в аспирантуру по данной специальности.

Данное вступительное испытание является квалификационным устным собеседованием. Перед началом собеседования в индивидуальном порядке студенты выбирают билет, сообщая его номер секретарю экзаменационной комиссии. Время, отводимое на подготовку к устному ответу для каждого студента не должно превышать 40 минут. При подготовке к устному ответу студент получает экзаменационный лист, на котором он должен изложить ответы на вопросы собеседования, заверив его своей подписью. На устный ответ каждого студента отводится по 10 минут. Ответ каждого поступающего оценивается по пятибалльной системе в соответствии с указанными ниже критериями оценивания. Решение о выставлении оценки принимается простым голосованием после ответов всех абитуриентов.

Библиографический список (основная литература)

1. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн.1. Общие вопросы. Методы разделения. Учебное пособие для вузов / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. Под ред. Ю.А. Золотова. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Высш. шк., 1999. – 351 с.
2. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа. Учебное пособие для вузов / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. Под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 1999. – 494 с.
3. Аналитическая химия: Аналитика. Общие теоретические основы. Качественный анализ. Кн.1: Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. пособ. для вузов / Харитонов Юрий Яковлевич. – 1-е изд.; испр. – М.: Высш.шк., 2003. – 615 с.
4. Аналитическая химия: Аналитика. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. Кн.2: Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. пособ. для вузов / Харитонов Юрий Яковлевич. – 2-е изд.; испр. – М.: Высш.шк., 2003. – 559 с.
5. Аналитическая химия: В 2 кн. Кн.2. Физико-химические методы анализа: Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов / Васильев Владимир Павлович. – 3-е изд.; стереотип. – М.: Дрофа, 2003 – 384 с.
6. Аналитическая химия: В 2 кн. Кн.2. Физико-химические методы

анализа: Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов / Васильев Владимир Павлович. – 2-е изд.; перераб. и доп. – М.: Дрофа, 2002 – 384 с.

7. Аналитическая химия: В 2 кн. Кн.1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа: Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. для студентов вузов, обучающихся по химико-технологическим специальностям / Васильев Владимир Павлович. – М.: Дрофа, 2002 – 368 с.

8. Аналитическая химия: Сб. вопросов, упражнений и задач; Доп. М-вом образования РФ в качестве учеб.пособ. для вузов / Васильев Владимир Павлович, Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова; под ред. В.П. Васильева. – 2-е изд.; перераб. и доп. – М.: Дрофа, 2003 – 320 с.

9. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: в 2 т. Т.1. / ред. Р. Кельнер, Ж-М. Мерме, М. Отто, Г. М. Видмер; под ред. Золотова. – М.: Мир-АСТ, 2004 – 608 с.

10. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: в 2 т. Т.2. / ред. Р. Кельнер, Ж-М. Мерме, М. Отто, Г. М. Видмер; под ред. Золотова. – М.: Мир-АСТ, 2004 – 728 с.

11. Аналитическая химия объектов окружающей среды. Лабораторные работы. Вопросы. Задачи. Учебное пособие / Алыкова Тамара Владимировна. – Астрахань: Астраханский государственный университет, Издательский дом «Астраханский государственный университет», 2013. – 197 с.

Основные критерии оценивания ответа поступающего в аспирантуру

- умение продемонстрировать знание теорий и концептов развития аналитической химии;
- знание аналитической химии и современных тенденций ее развития;
- владение научной терминологией, методологией анализа текстов;
- способность системного мышления, обобщения источников по теме ответа в единую картину;
- ответы на поставленные вопросы должны отражать знания абитуриента, полученные им не только из лекционных курсов и одного (основного, рекомендованного курсом) учебника или учебного пособия, но и более глубокие знания, которые студент может и должен был почерпнуть из дополнительных источников в ходе предыдущего обучения и при подготовке к вступительному собеседованию.
- Целью собеседования для студентов должна стать возможность показать умение самостоятельно мыслить, а не только воспроизводить существующие теории и концепции.
- Ответ должен содержать конкретные содержательные выводы, в которых кратко, лаконично обобщается и «кристаллизуется» суть рассмотренного вопроса.

Критерии оценивания уровня знаний

Правильное использование научной терминологии, глубокое знание основных и дополнительных источников, наличие частных выводов по вопросам; ответ на все вопросы э/билета и дополнительные вопросы в соответствии с требованиями.

5 «отлично»

Правильное использование научной терминологии; глубокое знание основных и дополнительных источников, наличие частных выводов по вопросам; ответ на все вопросы э/билета, частичный ответ на поставленные дополнительные вопросы.

4 «хорошо»

Более 50% критериев выполнены, более 50% целей достигнуто, при наличии ответов на все вопросы э/билета. При частичном, не полном ответе на поставленные дополнительные вопросы.

3 «удовлетворительно»

Знание основных положений заданной темы; ошибки при изложении материала; менее 50% ответов на вопросы собеседования верные.

2 «неудовлетворительно»

Ответ на вопрос билета (экзаменатора) неверный или отсутствует.

Перечень вопросов к вступительному испытанию

1. Взаимосвязь аналитической химии с другими науками, значение для общества.

2. Основные характеристики методов определения: чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность. Метод и методика.

3. Изотопный, атомный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый методы анализа.

4. Расчет активностей и равновесных концентраций компонентов. Буферные системы.

5. Константы кислотности и основности. Функция Гаммета.

6. Типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе.

7. Механизм окислительно-восстановительных реакций.

8. Механизм образования и свойства кристаллических и аморфных осадков.

9. Требования, предъявляемые к осадкам. Важнейшие неорганические и органические осадители.

10. Окислительно-восстановительное титрование.

11. Кривые титрования. Индикаторы.

12. Комплексометрическое титрование.

13. Использование аминополикарбоновых кислот в комплексонометрии.

14. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные

индикаторы.

15. Потенциометрия.
16. Равновесные электрохимические системы и их характеристики.
17. Ионометрия: возможности метода и ограничения.
18. Вольтамперометрия.
19. Характеристики вольтамперограмм, используемые в аналитической химии.
20. Инверсионная вольтамперометрия и ее применение в анализе.
21. Атомные спектры эмиссии, поглощения и флуоресценции.
22. Резонансное поглощение.
23. Зависимость аналитического сигнала от концентрации.
24. Атомно-эмиссионная спектроскопия.
25. Возбуждение проб в пламени, в дуговом и искровом разрядах.
26. Регистрация спектра.
27. Идентификация и определение элементов по эмиссионным спектрам.
28. Атомно-абсорбционная спектрометрия. Сущность метода.
29. Источники излучения.
30. Пламенная атомизация. Характеристики пламен и их выбор.
31. Электротермическая атомизация.
32. Атомно-флуоресцентная спектроскопия.
33. Способы возбуждения атомов (УФ излучение, лазер).
34. Методы рентгеновской и электронной спектроскопии.
35. Методы рентгеноспектрального анализа (РСА).
36. Спектрофотометрия.
37. Способы определения концентрации веществ.
38. Анализ многокомпонентных систем.
39. Спектроскопия отражения.
40. Люминесцентные методы.
41. Основные закономерности молекулярной люминесценции.
42. Хроматографические методы.
43. Теория равновесной хроматографии.
44. Способы элюирования веществ.
45. Детекторы.
46. Классификация хроматографических методов.
47. Сорбционные методы.
48. Классификация по механизму взаимодействия вещества с сорбентом, способу осуществления процесса, геометрическим признакам неподвижной фазы.
49. Количественное описание сорбционных процессов.
50. Сорбенты.
51. Экстракция.
52. Закон распределения.
53. Классификация экстракционных процессов по типу используемого экстрагента, типу образующихся соединений, технике осуществления.
54. Основные типы соединений, используемых в экстракции.

55. Метрологические основы химического анализа.
56. Аналитический сигнал.
57. Результат анализа как случайная величина.
58. Погрешности, способы их классификации, основные источники погрешностей.
59. Систематические погрешности в химическом анализе.
60. Правильность и способы проверки правильности.
61. Молекулярный анализ органических объектов.
62. Анализ высокомолекулярных веществ, органических материалов.
63. Санитарно-гигиенический контроль.
64. Клинический анализ.
65. Пищевые продукты.
66. Объекты окружающей среды.
67. Основные источники загрязнений и основные загрязнители; методы их определения.
68. Определение суммарных показателей (ХПК, БПК и др.).
69. Радиохимические методы: методы радиоактивных индикаторов и изотопного разбавления.
70. Методы локального анализа и анализа поверхности.
71. Достоинства и области применения.
72. Примеры использования.

Содержание программы

Тема 1. Предмет аналитической химии, цели и задачи

Предмет аналитической химии. Цели и особенности аналитической химии и аналитической службы. Взаимосвязь аналитической химии с другими науками, значение для общества. Основные этапы развития. Аналитические задачи: обнаружение, идентификация, определение веществ.

Тема 2. Методы аналитической химии

Химические, физические и биологические методы аналитической химии. Методы обнаружения, идентификации, разделения и концентрирования, определения; гибридные и комбинированные методы. Методы прямые и косвенные.

Основные характеристики методов определения: чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность. Метод и методика.

Тема 3. Виды химического анализа

Виды химического анализа: изотопный, атомный, структурно-групповой

(функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой).

Тема 4. Количественные характеристики равновесий

Количественные характеристики равновесий: термодинамическая и концентрационные константы, стандартный и формальный потенциалы, степень образования (мольная доля) компонента. Расчет активностей и равновесных концентраций компонентов. Буферные системы.

Тема 5. Кислотно-основное равновесие

Кислотно-основное равновесие. Развитие представлений о кислотах и основаниях. Использование протолитической теории для описания равновесий. Влияние свойств растворителей; их классификация. Константы кислотности и основности. Функция Гаммета.

Тема 6. Комплексообразование

Комплексообразование. Типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости. Методы определения состава комплексных соединений и расчета констант устойчивости. Кинетика реакций комплексообразования. Инертные и лабильные комплексы. Примеры использования комплексов.

Тема 7. Окислительно-восстановительное равновесие

Окислительно-восстановительное равновесие. Обратимые и необратимые реакции. Уравнение Нернста. Смешанный потенциал. Методы измерения потенциалов. Константы равновесия. Механизм окислительно-восстановительных реакций. Каталитические, автокаталитические, сопряженные и индуцированные окислительно-восстановительные реакции. Примеры аналитического использования.

Тема 8. Процессы осаждения-растворения

Процессы осаждения-растворения. Равновесия в системе жидкость - твердая фаза. Константы равновесия; растворимость. Механизм образования и свойства кристаллических и аморфных осадков. Коллоидные системы. Загрязнения и условия получения чистых осадков.

Тема 9. Органические реагенты в химическом анализе

Органические реагенты в химическом анализе. Функционально-

аналитические группы. Влияние структуры органических реагентов на их свойства. Теоретические основы взаимодействия органических реагентов с ионами металлов.

Тема 10. Гравиметрические методы

Гравиметрические методы. Сущность, значение, достоинства и ограничения прямых и косвенных гравиметрических методов. Требования, предъявляемые к осадкам. Важнейшие неорганические и органические осадители. Аналитические весы.

Тема 11. Окислительно-восстановительное титрование

Окислительно-восстановительное титрование. Первичные и вторичные стандартные растворы. Кривые титрования. Индикаторы. Предварительное окисление и восстановление определяемых соединений. Краткая характеристика различных методов.

Тема 12. Комплексометрическое титрование

Комплексометрическое титрование. Сущность. Использование аминополикарбонновых кислот в комплексометрии. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Практическое использование. Осадительное титрование. Сущность. Кривые титрования. Методы индикации конечной точки титрования. Индикаторы.

Тема 13. Электрохимия

Основные процессы, протекающие на электродах в электрохимической ячейке. Кинетика электрохимических процессов. Поляризационная кривая. Классификация методов. Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их характеристики. Ионметрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Полевые транзисторы.

Тема 14. Вольтамперометрия. Кондуктометрия

Вольтамперометрия. Характеристики вольтамперограмм, используемые в аналитической химии. Метрологические характеристики различных вариантов полярографии. Инверсионная вольтамперометрия и ее применение в анализе. Прямые и косвенные вольтамперометрические методы. Кондуктометрия. Использование кондуктометрических датчиков в хроматографии и других методах анализа.

Тема 15. Атомно-эмиссионная спектроскопия

Атомные спектры эмиссии, поглощения и флуоресценции. Резонансное поглощение. Самопоглощение, ионизация. Аналитические линии. Зависимость аналитического сигнала от концентрации. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Возбуждение проб в пламени, в дуговом и искровом разрядах. Индуктивно связанная плазма. Регистрация спектра. Идентификация и определение элементов по эмиссионным спектрам. Физические и химические помехи. Внутренний стандарт. Подавление мешающих влияний матрицы и сопутствующих элементов. Примеры использования.

Тема 16. Атомно-абсорбционная спектрометрия

Атомно-абсорбционная спектрометрия. Сущность метода. Источники излучения. Пламенная атомизация. Характеристики пламен и их выбор. Электротермическая атомизация. Типы электротермических атомизаторов. Способы подготовки пробы. Помехи: химические и физические. Коррекция помех. Чувствительность и избирательность. Примеры использования.

Тема 17. Атомно-флуоресцентная спектроскопия

Атомно-флуоресцентная спектроскопия. Принцип метода. Способы возбуждения атомов (УФ излучение, лазер). Взаимное влияние элементов и устранение этих влияний. Практическое применение. Методы рентгеновской и электронной спектроскопии. Методы рентгеноспектрального анализа (РСА). Классификация эмиссионных методов РСА. Закон Мозли. Качественный и количественный анализ. Матричные эффекты. Типы рентгеновских спектрометров. Сравнительная характеристика методов. Практическое применение. Абсорбционный рентгеноспектральный анализ.

Тема 18. Спектрофотометрия

Спектрофотометрия. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Спектроскопия отражения. Достоинства и ограничения методов. Практическое применение. Люминесцентные методы. Виды люминесценции. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Качественный и количественный анализ.

Тема 19. Хроматографические методы, понятия, классификация

Хроматографические методы. Теоретические основы. Основные понятия. Теория равновесной хроматографии. Уравнение Ван-Деемтера. Общие подходы к оптимизации процесса хроматографического разделения веществ. Способы осуществления хроматографического процесса. Особенности капиллярных колонок. Способы элюирования веществ. Детекторы. Классификация

хроматографических методов.

Тема 20. Сорбционные методы. Сорбенты

Сорбционные методы. Классификация по механизму взаимодействия вещества с сорбентом, способу осуществления процесса, геометрическим признакам неподвижной фазы. Количественное описание сорбционных процессов. Сорбенты.

Тема 21. Экстракция

Экстракция. Сущность метода. Закон распределения. Основные количественные характеристики. Классификация экстракционных процессов по типу используемого экстрагента, типу образующихся соединений, технике осуществления. Основные типы соединений, используемых в экстракции. Классы экстрагентов.

Тема 22. Метрологические основы химического анализа

Метрологические основы химического анализа. Аналитический сигнал. Результат анализа как случайная величина. Погрешности, способы их классификации, основные источники погрешностей. Систематические погрешности в химическом анализе. Правильность и способы проверки правильности. Законы сложения погрешностей. Релятивизация, контрольный опыт. Рандомизация.

Тема 23. Функциональный анализ

Химические и физические методы функционального анализа. Молекулярный анализ органических объектов. Анализ высокомолекулярных веществ, органических материалов.

Тема 24. Биологические и медицинские объекты

Биологические и медицинские объекты. Санитарно-гигиенический контроль. Клинический анализ. Пищевые продукты. Определение основных компонентов и примесей.

Тема 25. Аналитическая химия объектов окружающей среды

Объекты окружающей среды. Основные источники загрязнений и основные загрязнители; методы их определения. Определение суммарных показателей (ХПК, БПК и др.). Тест-методы. Специальные объекты: токсичные и радиоактивные, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, газы, космические и археологические объекты.

Тема 26. Радиохимические методы

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

Тема 27. Методы локального анализа и анализа поверхности

Методы локального анализа и анализа поверхности. Классификация; физические основы. Достоинства и области применения. Особенности пробоотбора и пробоподготовки. Примеры использования.

Рекомендуемая дополнительная литература

1. Другов Ю.С. Мониторинг органических загрязнений природной среды. 500 методик; практическое руководство / Ю.С. Другов, А.А. Родин. – 2-е изд., доп. и перераб. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 893 с.
2. Другов Ю.С., Родин А.А. Экологическая аналитическая химия. Учеб. пособ. для вузов, – 2-е изд., доп. СПб.: «Анатолия», 2002. – 464 с.
3. Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе. Сборник методических указаний. МУК 4.1.-1044-1053-01. Издание официальное, М.: Минздрав России, 2002, 128 с.