

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по ОД

_____ Е.В. Луков

« 30 » сентября 2022г.

ПРОГРАММА

**кандидатского экзамена по научной специальности
1.4.2 Аналитическая химия**

Томск – 2022

Программа кандидатского экзамена по научной специальности **1.4.2 Аналитическая химия** рассмотрена и рекомендована к утверждению ученым советом Химического факультета

протокол № 1 от 15.09.2022

Авторы-разработчики:

1. Шелковников В.В., канд. хим. наук, доцент, зав. каф. аналитической химии
 2. Скворцова Л.Н., канд. хим. наук, доцент, доцент каф. аналитической химии
- ...

Согласовано:

Руководитель ОП



В.В. Шелковников

1. Общие положения

На основании постановления Правительства Российской Федерации от 23.09.2013 № 842 «О порядке присуждения ученых степеней» кандидатские экзамены сдаются в соответствии с научной специальностью (научными специальностями) и отраслью науки, предусмотренными номенклатурой научных специальностей, по которым присуждаются ученые степени, утверждаемой Министерством науки и высшего образования Российской Федерации (далее – Минобрнауки России), по которым осуществляется подготовка (подготовлена) диссертации.

Кандидатский экзамен по специальной дисциплине в соответствии с темой диссертации на соискание ученой степени кандидата наук представляет собой форму оценки степени подготовленности соискателя ученой степени к проведению научных исследований по научной специальности 1.4.2 Аналитическая химия и по соответствующей отрасли науки (далее – кандидатский экзамен).

Программа кандидатского экзамена разработана на основе Паспорта научной специальности 1.4.2 Аналитическая химия (далее – Программа), утвержденного ВАК при Минобрнауки России <https://drive.google.com/drive/folders/1RNYkXhvAzaEF85GqxOH8HhbenJIoUMR7>.

Организация и проведение приема кандидатского экзамена осуществляется в соответствии с установленным в НИ ТГУ порядком.

Подготовка по Программе может осуществляться как самостоятельно, так и в рамках освоения соответствующей программы подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре НИ ТГУ. Сдача аспирантом кандидатского экзамена является обязательным условием обучения и относится к оценке результатов освоения базовой дисциплины (модуля) образовательного компонента программы, осуществляемой в рамках промежуточной аттестации.

2. Структура кандидатского экзамена и шкала оценивания уровня знаний

Кандидатский экзамен проводится в форме устного экзамена по билетам продолжительностью один академический час и состоит из следующих частей:

1. Основные вопросы (не более трёх вопросов по содержанию курса Аналитическая химия).
2. Дополнительные вопросы (не более трёх вопросов из 2-го раздела содержания Программы).

Оценка уровня знаний по каждому вопросу осуществляется по пятибалльной шкале со следующим принципом перерасчета:

«отлично» – 5 баллов;

«хорошо» – 4 балла;

«удовлетворительно» – 3 балла;

«неудовлетворительно» – 1-2 балла.

При оценивании ответов на каждый из вопросов экзаменационного билета учитываются следующие критерии:

Ответ на вопрос исчерпывающий, продемонстрировано понимание и знание сути вопроса в полном объеме. Замечаний нет.	5 баллов
Ответ на вопрос неполный, но раскрывающий основную суть вопроса, продемонстрировано понимание и знание вопроса в достаточном объеме. Замечания незначительные.	4 балла
Ответ неполный с существенными замечаниями, знания по вопросу фрагментарные и частичные, в том числе и по тематике диссертационного исследования.	3 балла
Ответ на вопрос отсутствует или дан неправильный	1-2 балла

Итоговая оценка за кандидатский экзамен выставляется решением экзаменационной комиссии:

«отлично» – при наличии не менее 80% 5-балльных ответов и отсутствии 3-2-1-балльных ответов;

«хорошо» – при наличии не менее 80% 4-балльных ответов и отсутствии 2-1-балльных ответов;

«удовлетворительно» – при наличии более 20% 3-балльных ответов и отсутствии 2-1-балльных ответов;

«неудовлетворительно» – при наличии 1-2 балльного ответа (или отказа отвечать на вопрос).

3. Перечень тем и вопросов для подготовки к сдаче экзамена

Раздел 1. Основные вопросы (по содержанию курса «Аналитическая химия»).

1. Общие вопросы

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.

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.

Виды химического анализа: изотопный, атомный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-,

ультрамикроанализ. Локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой).

2. Методы анализа

2.1. Химические методы

2.1.1. Теоретические основы

Использование законов термодинамики и кинетики для описания и управление реальными гомогенными и гетерогенными системами.

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

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. Буферные растворы.

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.

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.

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.

Органические реагенты в химическом анализе. Функционально-аналитические группы. Влияние структуры органических реагентов на их свойства. Теоретические основы взаимодействия органических реагентов с ионами металлов.

2.1.2. Гравиметрические методы

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

2.1.3. Титриметрические методы

Сущность и классификация. Виды титрования (прямое, обратное, косвенное). Кривые титрования. Точка эквивалентности, конечная точка титрования.

Кислотно-основное титрование в водных и неводных средах. Первичные стандартные растворы. Кривые титрования для одно- и многоосновных систем. Индикаторы.

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

Комплексометрическое титрование. Сущность. Использование аминополикарбонновых кислот в комплексонометрии. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Практическое использование.

Осадительное титрование. Сущность. Кривые титрования. Методы индикации конечной точки титрования. Индикаторы.

2.1.4. Кинетические методы

Сущность методов. Дифференциальный и интегральный варианты. Каталитический и некаталитический варианты. Методы определения концентрации индикаторных веществ. Чувствительность, избирательность и точность, области применения.

2.1.5. Биохимические методы

Сущность методов. Ферментативные индикаторные реакции. Химическая природа и структура ферментов. Имобилизованные ферменты. Биосенсоры и ферментные электроды. Сущность иммунных методов. Методы регистрации аналитического сигнала в биохимических и иммунных методах. Чувствительность, избирательность и точность методов. Области применения.

2.1.6. Электрохимические методы

Теоретические основы. 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. Потенциометрическое титрование с неполяризованными и поляризованными электродами.

Кулонометрия. Прямая потенциостатическая и гальваностатическая кулонометрия. Кулонометрическое титрование, его возможности и преимущества.

Вольтамперометрия. Характеристики вольтамперограмм, используемые для изучения и определения органических и неорганических соединений. Метрологические характеристики различных вариантов полярографии, возможности и ограничения методов. Инверсионная вольтамперометрия и ее применение в анализе. Прямые и косвенные вольтамперометрические методы.

Кондуктометрия. Прямая низкочастотная кондуктометрия и кондуктометрическое титрование. Использование кондуктометрических датчиков в хроматографии и других методах анализа.

2.2. Физические методы

Взаимодействие вещества с электромагнитным излучением, потоками частиц, магнитным полем.

2.2.1. Методы атомной оптической спектроскопии

Теоретические основы. 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.

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.

Атомно-флуоресцентная спектроскопия. Принцип метода. Способы возбуждения атомов (УФ излучение, лазер). Взаимное влияние элементов и устранение этих влияний. Практическое применение.

2.2.2. 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. Принцип метода; применение. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия. Оже-электронная спектроскопия. Основы методов. Практическое применение.

2.2.3. Методы молекулярной оптической спектроскопии

Теоретические основы. Молекулярные спектры поглощения, испускания. Основные законы светопоглощения и испускания. Рассеяние света. Поляризация и оптическая активность. Способы измерения аналитического сигнала. 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. ИК- и рамановская (комбинационного рассеяния) спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественный и количественный анализ. Особенности анализа проб в различном агрегатном состоянии. Нефелометрия и турбидиметрия. Фотоакустическая спектроскопия. Поляриметрия. Принципы методов и области применения.

2.2.4. Методы масс-спектрометрии

Способы масс-спектрального анализа, регистрация и интерпретация спектров. Качественный и количественный анализ. Метод изотопного разбавления. Хромато-масс спектрометрия.

2.2.5. Резонансные спектроскопические методы

Магнитно-дипольные переходы. Спин-решеточная и спин-спиновая релаксация. ЯМР-спектроскопия; применение для идентификации соединений. ЭПР-спектроскопия. Применение в анализе.

2.2.6. Ядерно-физические и радиохимические методы

Элементарные частицы. Основные виды радиоактивного распада и ядерных излучений. Активационный анализ. Нейтронно-активационный анализ. Активация заряженными частицами. Гамма-активационный анализ. Метрологические характеристики. Практическое применение. Радиохимические методы: методы радиоактивных индикаторов и изотопного разбавления. Общая характеристика и применение.

2.2.7. Методы локального анализа и анализа поверхности

Классификация; физические основы. Достоинства и области применения. Особенности пробоотбора и пробоподготовки. Примеры использования.

2.3. Биологические методы

Сущность методов, их преимущества и ограничения. Индикаторные организмы, их типы. Аналитический сигнал и способы его регистрации. Определение физиологически неактивных соединений (химико-биологические методы). Метрологические характеристики. Области применения.

2.4. Хроматографические методы

2.4.1. 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.

2.4.2. Газовая хроматография

Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография. Сущность метода. Изотермы адсорбции. Требования к газам-носителям и адсорбентам. Примеры используемых адсорбентов. Химическое и адсорбционное модифицирование поверхности адсорбента. Влияние температуры на удерживание и разделение. Газовая хроматография с программированным подъемом температуры. Детекторы. Примеры применения.

Газо-жидкостная хроматография. Принцип метода. Объекты исследования. Требования к носителям и неподвижным жидким фазам. Влияние природы жидкой фазы и разделяемых веществ на эффективность разделения.

Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Сущность метода. Реакционная газовая хроматография. Применение для идентификации веществ, для

анализа сложных смесей, объектов окружающей среды. Сверхкритическая флюидная хроматография. Сущность, особенности, применение.

2.4.3. Жидкостная хроматография

Высокоэффективная жидкостная хроматография. Сущность метода. Требования к адсорбентам и подвижной фазе. Влияние природы и состава элюента на эффективность разделения. Разновидности метода в зависимости от полярности неподвижной фазы: нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты. Выбор условий разделения. Детекторы. Применение для анализа сложных смесей.

Ионообменная хроматография. Неорганические и органические ионообменники и их свойства. Комплексообразующие ионообменники. Кинетика и селективность ионного обмена. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения веществ. Примеры применения. Ионная хроматография. Особенности метода. Двухколоночный и одноколоночный варианты метода. Сорбенты. Детекторы. Примеры применения. Ион-парная хроматография. Принцип метода. Роль неподвижной фазы и вводимого в элюент противоиона. Области применения.

Эксклюзионная хроматография. Особенности механизма удерживания молекул. Характеристики сорбентов и подвижных фаз. Возможности и примеры применения. Гель-хроматография. Области применения.

Аффинная хроматография. Специфика метода, применяемые адсорбенты. Условия проведения процесса разделения. Области применения.

Тонкослойная хроматография. Сущность метода и области применения.

2.5. Другие методы разделения и концентрирования

Процессы и реакции, лежащие в основе методов. Термодинамические и кинетические характеристики разделения и концентрирования. Классификация методов. Сочетание разделения и концентрирования с методами определения. Принципы выбора метода. Сорбционные методы. Классификация по механизму взаимодействия вещества с сорбентом, способу осуществления процесса, геометрическим признакам неподвижной фазы. Количественное описание сорбционных процессов. Сорбенты.

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.

Осаждение и соосаждение. Электрохимические методы. Классификация. Электровыделение, цементация, электрофорез, изотахофорез.

3. Метрология и хемометрика

3.1. 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.

Случайные погрешности в химическом анализе. Генеральная и выборочная совокупности результатов химического анализа. Закон нормального распределения результатов анализа, его проверка. Распределение Пуассона. Статистика малых выборок.

Воспроизводимость. Статистические критерии: математическое ожидание (генеральное среднее) и генеральная дисперсия случайной величины, выборочное среднее, дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность и доверительный интервал. Сравнение двух (критерий Фишера) и нескольких (критерии Бартлера, Кокрена) дисперсий. Сравнение двух (критерий Стьюдента) и нескольких (критерий Фишера) средних результатов химического анализа.

Чувствительность. Коэффициент чувствительности. Предел обнаружения, нижняя граница определяемых содержаний, их статистическая оценка. Погрешности отдельных стадий анализа и конечного результата. Применение дисперсионного анализа для оценки погрешностей отдельных стадий и операций химического анализа. Проверка значимости выборочного коэффициента корреляции. Использование корреляционного анализа для проверки независимости двух аналитических методик.

Применение регрессионного анализа для построения градуировочных зависимостей. Нахождение содержания вещества по градуировочной зависимости, статистическая оценка результата. Математическое планирование и оптимизация аналитического эксперимента с использованием дисперсионного и многомерного регрессионного анализа. Стандартные образцы. Аттестация и стандартизация методик. Аккредитация аналитических лабораторий.

3.2. Компьютерные методы в аналитической химии

Пути использования ЭВМ в аналитической химии. Многомерные данные в химическом анализе. Первичная обработка данных. Коррелированные данные; понятие об анализе главных компонентов (факторном анализе). Многомерные регрессия и градуировка. Понятие о методах классификации и распознавания образов, кластерном анализе. Построение и использование нелинейных градуировочных зависимостей. Фурье-преобразование, его использование для фильтрации шумов и снижения пределов обнаружения. Расчеты химических равновесий.

4. Автоматизация анализа

Автоматизация лабораторного анализа и производственного контроля; периодического, дискретного анализа и непрерывного анализа в потоке. Автоматизированные приборы, системы и комплексы, автоматы-анализаторы для лабораторного и производственного анализа, роботы. Примеры современных высокоэффективных аналитических приборов-автоматов. Проточно-инжекционный анализ.

5. Анализ конкретных объектов

5.1. Аналитический цикл и стадии анализа

Выбор метода и схемы анализа, отбор пробы, подготовка пробы (разложение, разделение, концентрирование и другие операции), получение аналитической формы, измерение аналитического сигнала, обработка результатов измерений.

5.2. Пробоотбор и пробоподготовка

Представительность пробы. Отбор проб гомогенного и гетерогенного состава; средних проб твердых, жидких и газообразных веществ; токсичных и радиоактивных проб. Основные операции перевода пробы в форму, удобную для анализа.

5.3. Основные объекты

Геологические объекты. Анализ силикатов, карбонатов, железных и полиметаллических руд. Металлы, сплавы и продукты металлургической промышленности (анализ черных, цветных, редких, благородных металлов и их сплавов).

Материалы атомной промышленности (определение тория, урана, плутония, трансплутониевых элементов и осколков деления. Неорганические соединения. Анализ минеральных удобрений, неорганических веществ высокой чистоты. Органические вещества (природные и синтетические, элементоорганические, полимеры, продукты нефтепереработки, белки, жиры, углеводы; пестициды). Элементный анализ органических веществ.

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

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

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 объект

Рекомендуемая литература

Основная литература

1. Большова Т.А. Основы аналитической химии: учебник для студентов вузов. Т. 1. Общие вопросы. Методы разделения / Т.А. Большова, Г.Д. Брыкина, А.В. Гармаш и др.; под ред. Ю.А. Золотова. - 4-е изд., перераб. и доп. – М.: Академия, 2012.

2. Алов Н.В. Основы аналитической химии: учебник для студентов вузов. Т. 2. / Н.В. Алов, Ю.А. Барбалат, А.Г. Борзенко и др.; под ред. Ю.А. Золотова. М.: Академия, 2012. – 407 с.
3. Москвин Л.Н. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии / Л.Н. Москвин, О.В. Родинков. Долгопрудный: Интеллект, 2011. – 348 с.
4. 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, 2013.
5. Моногарова О.В. Аналитическая химия. Задачи и вопросы. / О.В. Моногарова, С.В. Мигунова, Д.Г. Филатова. Под ред. Т.Н. Шеховцовой. ГЕОТАР-Медиа, 2016. 112 с.
6. Москвин Л.Н. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ. ЭБС Лань, 2019. – 584 с.
7. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. М.: ИД Альянс, 2014.
Дополнительная литература
1. Вершинин В.И. Аналитическая химия – 3-е изд., перераб. и доп. / В.И. Вершинин, И.В. Власова, И.А. Никифорова. ЭБС Лань, 2019. – 428 с.
2. Foundations of Analytical Chemistry. M. Valcárcel Cases et al. Springer International Publishing AG 2018.
3. Карпов Ю.А. Методы пробоотбора и пробоподготовки / Ю.А. Карпов, А.П. Савостин. М.: БИНОМ, 2015. – 246 с.
4. Золотов Ю.А., Вершинин В.И. История и методология аналитической химии. – М.: Издательский центр «Академия», 2007 г.
5. Fritz Scholz and Heike Kahlert. Chemische Gleichgewichte in der Analytischen Chemie. Springer-Verlag GmbH Germany, part of Springer Nature 2018. © Springer Nature Switzerland AG 2019. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-17180-3>
6. Алексеев В.Н. Курс качественного химического полумикроанализа. – М.: Химия, 1973.
7. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии: В 2 т. – М.: Мир, 1979.
8. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. – М.: Химия, 1984.
9. Новый справочник химика и технолога. Основные свойства неорганических, органических и элементоорганических соединений. – С.-Пб.: АНО НПО «Мир и семья». 2002. – 1280 с.
10. Марьянов Б.М. Расчеты ионных равновесий: Пособие по аналитической химии. Томск: Изд-во Том. ун-та, 2006.
11. Петрова Е.В., Гудымович Е.Н., Киселёва М.А., Наумова Л.Б., Скворцова Л.Н., Шелковников В.В., Изаак Т.И. Аналитическая химия. Методы обнаружения, идентификации и разделения: Учебно-методическое пособие. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 2009.

12. Аналитическая химия. Типы химических реакций и процессов. Методы обнаружения, идентификации, разделения и концентрирования: Метод. указания. -Томск: Изд-во Том. ун-та, 2010.
13. Петрова Е.В., Гудымович Е.Н., Киселева М.А., Наумова Л.Б., Скворцова Л.Н., Шелковников В.В. «Расчеты ионных равновесий. Методы идентификации и разделения в аналитической химии». Учебно-методический комплекс <http://edu.tsu.ru/eor/resource/537/tpl/index.html>

Раздел 2. Дополнительные вопросы

Дополнительные вопросы формируются по области исследования паспорта научной специальности, в рамках которой определена тема подготавливаемой кандидатской диссертации.

1. Теория методов аналитической химии.
2. Методы химического анализа (химические, физико-химические, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др).
3. Аналитические приборы.
4. Методическое обеспечение химического анализа.
5. Математическое обеспечение химического анализа.
6. Метрологическое обеспечение химического анализа.
7. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки в аналитической химии.
8. Методы маскирования, разделения и концентрирования.
9. Анализ неорганических материалов и исходных продуктов для их получения.
10. Анализ органических веществ и материалов.
11. Анализ нефтехимической продукции.
12. Анализ объектов окружающей среды.
13. Анализ пищевых продуктов.
14. Анализ природных веществ.
15. Анализ лекарственных препаратов.
16. Клинический анализ.
17. Химический анализ в криминалистике.
18. Аналитический контроль технологических процессов.
19. Сертификация веществ и материалов по химическому состав

Дополнительную программу составляет научный руководитель аспиранта, программа рассматривается и утверждается на заседании кафедры аналитической химии и прикладывается к экзаменационному билету. Пример составления дополнительной программы представлен в приложении 1.

3. Пример экзаменационного билета

Экзаменационный билет № 5

Вопросы основной программы

1. Типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости. Методы определения состава комплексных соединений и расчета констант устойчивости.
2. Случайные погрешности в химическом анализе. Генеральная и выборочная совокупности результатов химического анализа. Закон нормального распределения результатов анализа, его проверка.
3. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Сущность метода. Требования к адсорбентам и подвижной фазе. Влияние природы и состава элюента на эффективность разделения.

Вопросы дополнительной программы

4. Исследование кукурбитурилов и некоторых комплексных соединений на их основе методом УФ-абсорбционной спектроскопии.
5. Иммобилизации аналитических реагентов и проведения аналитических реакций в твердой фазе, обеспечивающих получение легко измеряемого аналитического сигнала

Пример индивидуальной дополнительной программы

Индивидуальная дополнительная программа
для сдачи кандидатского экзамена
по специальности 1.4.2 Аналитическая химия

аспиранта/соискателя _____

Тема диссертации: _____

Составитель программы:

Научный руководитель:

ученая степень, ученое звание, Ф.И.О

Согласовано:

Зав. кафедрой:

ученая степень, ученое звание, Ф.И.О

Дополнительная программа утверждена на заседании кафедры
аналитической химии

Протокол № _____ от _____

ВОПРОСЫ

1. Общие принципы и преимущества твердофазных аналитических систем

1.1 Использование твердых носителей различного типа для прямого определения путем экстракции определяемых веществ из анализируемого объекта;

1.2 Иммобилизации аналитических реагентов и проведения аналитических реакций в твердой фазе, обеспечивающих получение легко измеряемого аналитического сигнала;

1.3 Преимущества твердофазных аналитических методов: миниатюризация, значительное сокращение или полное исключение токсичных органических растворителей, повышение чувствительности за счет концентрирования, простота сочетания с инструментальными методами анализа, возможность автоматизации.

2. Иммобилизация аналитических реагентов

2.1 Иммобилизация за счет физической сорбции (физическая иммобилизация), химическая иммобилизация, их преимущества и недостатки;

2.2 Основные типы носителей, используемых для иммобилизации аналитических реагентов: целлюлоза, ионообменные смолы, пенополиуретаны, поливинилхлорид, нафионовые мембраны, полимерные мембраны;

2.3 Химическое равновесие между иммобилизованным реагентом и определяемым веществом в растворе.

3. Твердофазная спектрометрия

3.1 Классификация твердофазных спектроскопических методов по способу измерения аналитического сигнала: твердофазная спектрофотометрия, спектроскопия диффузного отражения, твердофазная люминесценция, цветометрия;

3.2 Классификация твердофазно-спектроскопических методов по способу получения окрашенного или люминесцирующего соединения в твердой фазе;

3.3 Особенности измерения оптической плотности в твердой фазе сорбента.

4. Методы определения антиоксидантной активности

4.1 Классификация антиоксидантов и их общая характеристика (фенольные соединения, биоантиоксиданты, аминокислоты и пептиды);

4.2 Классификация методов определения антиоксидантной активности.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. 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.
2. Каттралл Р. В. Химические сенсоры/ Р. Каттралл. М.: Научный мир, 2000. – 144 с.
3. Золотов Ю.А., Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. Изд. 2-е, 2006.
4. Solid Phase Molecular Spectroscopy (Book Chapter 12) Handbook of Green Analytical Chemistry, edited by la Guardia, Miguel de, and Salvador Garrigues, John Wiley & Sons, Incorporated, 2012. ProQuest Ebook Central, pp 221-244.
5. Хасанов В. В. Методы исследования антиоксидантов / В.В. Хасанов, Г. Л. Рыжова, Е. В. Мальцева // Химия растительного сырья. – 2004. - №3. – с.64-75.