

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский
Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского»

УТВЕРЖДЕНО
решением ученого совета ННГУ
протокол от "30" ноября 2022 г. № 13

Рабочая программа дисциплины
«Аналитическая химия (кандидатский экзамен)»

Уровень высшего образования
Подготовка научных и научно-педагогических кадров

Научная специальность
1.4.2 Аналитическая химия

Форма обучения
Очная

Нижний Новгород
2022 год

1. Место и цель дисциплины в структуре ПА

Дисциплина «Аналитическая химия (кандидатский экзамен)» относится к числу элективных дисциплин образовательного компонента программы аспирантуры и изучается на 4 году обучения в 7 семестре.

Цель дисциплины.

Целью освоения дисциплины является профессиональная подготовка аспиранта в соответствии с уровнем развития техники и технологий в области аналитической химии, включающая освоение теоретических основ аналитической химии, ее особенностей, связей с другими науками и ее практической значимости, аналитических возможностей основных типов химических реакций, приемов разделения, идентификации и количественного определения веществ, используемых в аналитической практике, в том числе современных физических методов анализа и исследования структуры и состава веществ, методов химического и биохимического анализа, принципов функционирования современных аналитических приборов, их использования для решения конкретных аналитических задач.

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине

Выпускник, освоивший программу, должен

Знать:

- современное состояние науки в области аналитической химии и в смежных областях,
- требования к содержанию и правила оформления рукописей к публикации в рецензируемых научных изданиях,
- требования к корректному выбору методов обработки экспериментальных данных и/или методов численного моделирования химических процессов; современные направления развития методом обработки экспериментальных данных и/или методов численного моделирования в своей профессиональной области,
- основные приемы химического эксперимента, инструментальные аналитические методы исследования объектов окружающей среды и технологических сред.
- химические, физические и технические аспекты химических промышленных процессов; основные требования правил безопасности при работе с оборудованием различных классов сложности и опасности; цели и задачи научных исследований по направлению деятельности, базовые принципы и методы их организации; требования к представлению отчетных материалов; основные методы обработки экспериментальных данных.

Уметь:

- представлять научные результаты по теме диссертационной работы в виде публикаций в рецензируемых научных изданиях,
- представлять результаты НИР (в т.ч., диссертационной работы) академическому и бизнес-сообществу,
- корректно использовать современные методы обработки экспериментальных данных и/или современные методы численного моделирования сложных химических процессов в своей профессиональной области,
- осуществлять исследования объектов окружающей среды и технологических сред,
- использовать новое сложное технологическое (в том числе – нанотехнологическое) оборудование для получения перспективных материалов (в том числе – наноматериалов) различного функционального назначения; использовать современные физические модели, а также результаты фундаментальных и прикладных исследований для

разработки новых методик аттестации структуры и свойств перспективных материалов различного функционального назначения.

Владеть:

- методами планирования, подготовки, проведения НИР, анализа полученных данных, формулировки выводов и рекомендаций научной специальности,
- современными методами обработки экспериментальных данных и/или современными методами численного моделирования химических процессов; систематическими знаниями в области современных методов обработки экспериментальных данных в области аналитической химии,
- навыками разработки фундаментальных основ технологических процессов получения материалов, осуществления исследований получения и изучения их свойств,
- навыками работы со сложным исследовательским, контрольно-измерительным и технологическим оборудованием (в том числе – нанотехнологическим оборудованием мирового уровня),
- навыками разработки и верификации новых методик аттестации структуры и свойств конструкционных и многофункциональных материалов (в том числе – наноматериалов).

3. Структура и содержание дисциплины.

Объем дисциплины (модуля) составляет 1 зачётная единица, всего - 36 часов, из которых 28 часов составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (занятия лекционного типа), 8 часов составляет самостоятельная работа обучающегося.

Таблица 1

Структура дисциплины

Наименование раздела (модуля) дисциплины	Всего, часов	В том числе					
		Контактная работа, часов					Самостоятельная работа обучающегося, часов
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Занятия лабораторного типа	Консультации	Всего	
Общие вопросы	3	2	-	-	-	2	1
Методы анализа	13	12	-	-	-	12	1
Метрология и хеометрика	8	6	-	-	-	6	2
Автоматизация анализа	4	2	-	-	-	2	2
Анализ конкретных объектов	10	8	-	-	-	8	2
<i>в том числе текущий контроль</i>	1 час.						
Промежуточная аттестация: – Экзамен							
Итого	36	28	-	-	-	28	8

Таблица 3

Содержание дисциплины

№ п/п	Наименование раздела (модуля) дисциплины	Содержание раздела	Форма проведения занятия	Форма текущего контроля*
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, элементный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой).	Лекции	Реферат
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 (мольная 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. Стабильные и лабильные	Лекции	Реферат

		<p>комплексы. Примеры использования комплексов.</p> <p>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.</p> <p>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.</p> <p>Органические реагенты в химическом анализе. Функционально-аналитические группы. Влияние структуры органических реагентов на их свойства. Теоретические основы взаимодействия органических реагентов с ионами металлов.</p> <p><i>2.1.2 Гравиметрические методы</i> Сущность, значение, достоинства и ограничения прямых и косвенных гравиметрических методов. Требования, предъявляемые к осадкам. Важнейшие неорганические и органические осадители. Аналитические весы.</p> <p><i>2.1.3 Титриметрические методы</i> Сущность и классификация. Виды титрования (прямое, обратное, косвенное). Кривые титрования. Точка эквивалентности, конечная точка титрования.</p> <p>Кислотно-основное титрование в водных и неводных средах. Первичные стандартные растворы. Кривые титрования для одно- и многоосновных систем. Индикаторы.</p> <p>Окислительно-восстановительное титрование. Первичные и вторичные стандартные растворы. Кривые титрования. Индикаторы. Предварительное окисление и восстановление определяемых соединений. Краткая характеристика различных методов.</p> <p>Комплексометрическое титрование. Сущность. Использование аминополикарбоновых кислот в комплексонометрии. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Практическое использование.</p> <p>Осадительное титрование. Сущность. Кривые титрования. Методы индикации конечной точки титрования. Индикаторы.</p> <p><i>2.1.4 Кинетические методы</i> Сущность методов. Дифференциальный и интегральный варианты. Каталитический и некаталитический варианты. Методы определения концентрации индикаторных веществ. Чувствительность, избирательность и точность, области применения.</p>		
--	--	---	--	--

		<p><i>2.1.5 Биохимические методы</i> 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.</p> <p><i>2.1.6 Электрохимические методы</i> Теоретические основы. Классификация методов. Основные процессы, протекающие на электродах в электрохимической ячейке. Кинетика электрохимических процессов. Поляризационная кривая. Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их характеристики. Ионометрия: 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.</p> <p><i>2.2 Физические методы</i> Взаимодействие вещества с электромагнитным излучением, потоками частиц, магнитным полем.</p> <p><i>2.2.1 Методы атомной оптической спектроскопии</i> 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.</p>		
--	--	--	--	--

		<p>Атомно-абсорбционная спектроскопия. 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.</p> <p>Атомно-флуоресцентная спектроскопия. Принцип метода. Способы возбуждения атомов (УФ излучение, лазер). Взаимное влияние элементов и устранение этих влияний. Практическое применение.</p> <p><i>2.2.2 Методы рентгеновской и электронной спектроскопии</i></p> <p>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.</p> <p><i>2.2.3 Методы молекулярной оптической спектроскопии</i></p> <p>Теоретические основы. Молекулярные спектры поглощения, испускания. Основные законы светопоглощения и испускания. Рассеяние света. Поляризация и оптическая активность. Способы измерения аналитического сигнала.</p> <p>Спектрофотометрия. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Спектроскопия отражения. Достоинства и ограничения методов. Практическое применение.</p> <p>Люминесцентные методы. Виды люминесценции. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Качественный и количественный анализ.</p> <p>ИК- и рамановская (комбинационного рассеяния) спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественный и количественный анализ. Особенности анализа проб в различном агрегатном состоянии.</p> <p>Нефелометрия и турбидиметрия.</p> <p>Фотоакустическая спектроскопия.</p> <p>Поляриметрия. Принципы методов и области применения.</p> <p><i>2.2.4 Методы масс-спектрометрии</i></p> <p>Способы масс-спектрометрического анализа, регистрация и интерпретация масс-спектров. Качественный и количественный анализ. Метод изотопного разбавления. Хромато-масс-спектрометрия.</p> <p><i>2.2.5 Резонансные спектроскопические методы</i></p> <p>Магнитно-дипольные переходы. Спин-решеточная и спин-спиновая релаксация. ЯМР-спектроскопия; применение для идентификации</p>		
--	--	---	--	--

		<p>соединений. ЭПР-спектроскопия. Применение в анализе.</p> <p><i>2.2.6 Ядерно-физические и радиохимические методы</i></p> <p>Элементарные частицы. Основные виды радиоактивного распада и ядерных излучений. Активационный анализ. Нейтронно-активационный анализ. Активация заряженными частицами. Гамма-активационный анализ. Метрологические характеристики. Практическое применение.</p> <p>Радиохимические методы: методы радиоактивных индикаторов и изотопного разбавления. Общая характеристика и применение.</p> <p><i>2.2.7 Методы локального анализа и анализа поверхности</i></p> <p>Классификация; физические основы. Достоинства и области применения. Особенности пробоотбора и пробоподготовки. Примеры использования.</p> <p>2.3 Биологические методы</p> <p>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.</p> <p>2.4 Хроматографические методы</p> <p><i>2.4.1 Теоретические основы</i></p> <p>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.</p> <p><i>2.4.2 Газовая хроматография</i></p> <p>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. Газо-адсорбционная хроматография с программированным подъемом температуры. Детекторы. Примеры применения. Реакционная газовая хроматография.</p> <p>Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Сущность метода. Применение для идентификации веществ, для анализа сложных смесей, объектов окружающей среды.</p> <p>Газо-жидкостная хроматография. Принцип метода. Объекты исследования. Требования к носителям и неподвижным жидким фазам. Влияние природы жидкой фазы и разделяемых веществ на эффективность разделения.</p> <p><i>2.4.3 Жидкостная хроматография</i></p> <p>Высокоэффективная жидкостная хроматография. Сущность метода. Требования</p>	
--	--	--	--

		<p>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.</p> <p>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.</p> <p>Ионная хроматография. Особенности метода. Двухколоночный и одноколоночный варианты метода. Сорбенты. Детекторы. Примеры применения.</p> <p>Ион-парная хроматография. Принцип метода. Роль неподвижной фазы и вводимого в элюент противоиона. Области применения.</p> <p>Эксклюзионная хроматография. Особенности механизма удерживания молекул. Характеристики сорбентов и подвижных фаз. Возможности и примеры применения. Гель-хроматография. Области применения.</p> <p>Аффинная хроматография. Специфика метода, применяемые адсорбенты. Условия проведения процесса разделения. Области применения.</p> <p>Тонкослойная хроматография. Сущность метода и области применения.</p> <p>2.5 Сверхкритическая (флюидная) хроматография. Сущность, особенности, применение.</p> <p>2.6 Другие методы разделения и концентрирования</p> <p>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.</p> <p>Сорбционные методы. Классификация по механизму взаимодействия вещества с сорбентом, способу осуществления процесса, геометрическим признакам неподвижной фазы. Количественное описание сорбционных процессов. Сорбенты.</p> <p>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.</p>		
--	--	--	--	--

3.	Метрология и хеометрика	<p>3.1 Метрологические основы химического анализа</p> <p>Аналитический сигнал. Результат анализа как случайная величина. Погрешности, способы их классификации, основные источники погрешностей.</p> <p>Систематические погрешности в химическом анализе. Правильность и способы проверки правильности. Контрольный опыт. Законы сложения погрешностей. Релятивизация, Рандомизация.</p> <p>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, выборочная дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность и доверительный интервал. Сравнение двух (критерий Фишера) и нескольких (критерии Бартлера, Кохрена) дисперсий. Сравнение двух (критерий Стьюдента) и нескольких (критерий Фишера) средних результатов химического анализа.</p> <p>Чувствительность. Коэффициент чувствительности. Предел обнаружения, нижняя граница определяемых содержаний, их статистическая оценка. Погрешности отдельных стадий анализа и конечного результата.</p> <p>Применение дисперсионного анализа для оценки погрешностей отдельных стадий и операций химического анализа. Проверка значимости выборочного коэффициента корреляции.</p> <p>Использование корреляционного анализа для проверки независимости двух аналитических методик.</p> <p>Применение регрессионного анализа для построения градуировочных зависимостей.</p> <p>Нахождение содержания вещества по градуировочной зависимости, статистическая оценка результата. Математическое планирование и оптимизация аналитического эксперимента с использованием дисперсионного и многомерного регрессионного анализа.</p> <p>Стандартные образцы. Аттестация и стандартизация методик. Аккредитация аналитических лабораторий.</p> <p>3.2 Компьютерные методы в аналитической химии</p> <p>Пути использования ЭВМ в аналитической химии. Многомерные данные в химическом анализе. Первичная обработка данных.</p> <p>Коррелированные данные; понятие об анализе главных компонентов (факторном анализе).</p> <p>Многомерные регрессия и градуировка. Понятие о методах классификации и распознавания образов, кластерном анализе. Построение и использование нелинейных градуировочных зависимостей. Фурье-преобразование, его</p>	Лекции	Реферат
----	-------------------------	--	--------	---------

		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.	Лекции	Реферат
5.	Анализ конкретных объектов	<p>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.</p> <p>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.</p> <p>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 объекты.</p>	Лекции	Реферат

4. Формы организации и контроля самостоятельной работы обучающихся

Целью самостоятельной работы является овладение навыками работы с литературой (в читальном зале библиотеки, с доступом к ресурсам Интернет), более углубленное изучение отдельных разделов дисциплины при подготовке к написанию реферата, подготовке к экзамену. Самостоятельная работа подкрепляется учебно-методическим и информационным обеспечением, включающим учебники, учебно-методические пособия, конспекты лекций. Текущий контроль успеваемости осуществляется в форме контроля самостоятельной работы (защита рефератов).
Итоговый контроль проводится в виде экзамена.

Темы рефератов:

1. Применение биосенсоров и ферментных электродов в биохимических методах анализа.
2. Чувствительность и избирательность кинетических методов анализа.
3. Абсорбционный рентгеноспектральный анализ.
4. Применение рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии в химическом анализе.
5. Оже-электронная спектроскопия и её применение в химическом анализе.
6. Нефелометрия и турбидиметрия.
7. Области применения фотоакустической спектроскопии.
8. Поляриметрия: сущность метода, принцип анализа, практическое применение.
9. ЯМР-спектроскопия; применение для идентификации соединений.
10. Применение ЭПР-спектроскопии в анализе.
11. Нейтронно-активационный анализ.
12. Гамма-активационный анализ.
13. Радиохимические методы: методы радиоактивных индикаторов и изотопного разбавления.
14. Методы локального анализа.
15. Методы анализа поверхности.
16. Биологические методы анализа.
17. Химико-биологические методы определения физиологически неактивных соединений. Метрологические характеристики. Области применения.
18. Особенности применения сверхкритической (флюидной) хроматографии.
19. Аффинная хроматография. Условия проведения процесса разделения. Области применения.
20. Электрохимические методы разделения и концентрирования.
21. Осаждение и соосаждение, как методы концентрирования и разделения компонентов.
22. Аттестация и стандартизация методик.
23. Аккредитация аналитических лабораторий.
24. Тест-методы анализа объектов окружающей среды.
25. Применение компьютерных методов в аналитической химии
26. Автоматизация лабораторного анализа и производственного контроля.
27. Применение проточно-инжекционного анализа в анализе объектов окружающей среды.
28. Геологические объекты. Способы анализа руд.
29. Анализ металлов, сплавов и продукты металлургической промышленности.
30. Особенности анализа материалов атомной промышленности.
31. Анализ минеральных удобрений.
32. Методы анализа веществ высокой чистоты.

33. Элементный анализ органических веществ.
34. Анализ биологических и медицинских объектов.
35. Пищевые продукты: определение основных компонентов и примесей.
36. Основные загрязнения в объектах окружающей среды и методы их определения.
37. Использование аналитических методов при анализе токсичных и радиоактивных веществ.
38. Методы анализа взрывчатых и легковоспламеняющихся веществ.
39. Особенности анализа космических и археологических объектов.

5. Фонд оценочных средств для аттестации по дисциплине

5.1. Критерии и процедуры оценивания результатов обучения по дисциплине.

При выполнении всех работ учитываются следующие **основные критерии**:

- уровень теоретических знаний (подразумевается не только формальное воспроизведение информации, но и понимание предмета, которое подтверждается правильными ответами на дополнительные, уточняющие вопросы, заданные членами комиссии);
- умение использовать теоретические знания при анализе конкретных проблем, ситуаций;
- качество изложения материала, то есть обоснованность, четкость, логичность ответа, а также его полнота (то есть содержательность, не исключающая сжатости);
- способность устанавливать внутри- и межпредметные связи,
- оригинальность мышления, знакомство с дополнительной литературой и другие факторы.

Экзамен проводится в устной форме в виде ответа обучающегося на теоретические вопросы курса (с предварительной подготовкой) и последующим собеседованием в рамках тематики курса. Собеседование проводится в форме вопросов, на которые аспирант должен дать полный и развернутый ответ.

К экзамену допускаются обучающиеся, написавшие реферат по предлагаемой преподавателем теме.

Описание шкалы оценивания на промежуточной аттестации в форме экзамена

Оценка *отлично* – исчерпывающее владение программным материалом, понимание сущности рассматриваемых процессов и явлений, твердое знание основных положений дисциплины, умение применять концептуальный аппарат при анализе актуальных проблем. Логически последовательные, содержательные, конкретные ответы на все вопросы.

Оценка *хорошо* – достаточно полные знания программного материала, правильное понимание сути вопросов, знание определений, умение формулировать тезисы и аргументы. Ответы последовательные и в целом правильные, хотя допускаются неточности, поверхностное знакомство с отдельными теориями и фактами, достаточно формальное отношение к рекомендованным для подготовки материалам.

Оценка *удовлетворительно* – фрагментарные знания, расплывчатые представления о предмете. Ответ содержит как правильные утверждения, так и ошибки, возможно, грубые. Испытуемый плохо ориентируется в учебном материале, не может устранить неточности в своем ответе даже после наводящих вопросов.

Оценка *неудовлетворительно* – отсутствие ответа хотя бы на один из основных

вопросов, либо грубые ошибки в ответах, полное непонимание смысла проблем, не достаточно полное владение терминологией.

5.2. Примеры типовых заданий для самостоятельной работы или иных материалов, необходимых для оценки результатов обучения

Контрольные вопросы к экзамену:

1. Цели и задачи аналитической химии. Основные этапы развития аналитической химии. Аналитическая служба. Взаимосвязь аналитической химии с другими науками, значение для общества.
2. Классификация методов анализа. Методы прямые и косвенные.
3. Основные характеристики методов определения: (чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность). Метод и методика.
4. Виды химического анализа: изотопный, элементный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой).
5. Использование законов термодинамики и кинетики в аналитической химии для описания и управление реальными гомогенными и гетерогенными системами.
6. Количественные характеристики равновесий: термодинамическая и концентрационные константы, стандартный и формальный потенциалы, степень образования (мольная доля) компонента. Расчет активностей и равновесных концентраций компонентов. Буферные системы.
7. 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.
8. Комплексообразование. Типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости. Методы определения состава комплексных соединений и расчета констант устойчивости. Кинетика реакций комплексообразования. Стабильные и лабильные комплексы. Примеры использования комплексов.
9. 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.
10. 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.
11. Органические реагенты в химическом анализе. Функционально-аналитические группы. Влияние структуры органических реагентов на их свойства. Теоретические основы взаимодействия органических реагентов с ионами металлов.

12. Сущность, значение, достоинства и ограничения прямых и косвенных гравиметрических методов. Требования, предъявляемые к осадкам. Важнейшие неорганические и органические осадители. Аналитические весы.
13. Титриметрические методы. Сущность и классификация. Виды титрования (прямое, обратное, косвенное). Кривые титрования. Точка эквивалентности, конечная точка титрования.
14. Кислотно-основное титрование в водных и неводных средах. Первичные стандартные растворы. Кривые титрования для одно- и многоосновных систем. Индикаторы.
15. Окислительно-восстановительное титрование. Первичные и вторичные стандартные растворы. Кривые титрования. Индикаторы. Предварительное окисление и восстановление определяемых соединений. Краткая характеристика различных методов.
16. Комплексометрическое титрование. Сущность. Использование аминополикарбоновых кислот в комплексонометрии. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Практическое использование.
17. Осадительное титрование. Сущность. Кривые титрования. Методы индикации конечной точки титрования. Индикаторы.
18. Теоретические основы электрохимических методов анализа. Классификация методов. Основные процессы, протекающие на электродах в электрохимической ячейке. Кинетика электрохимических процессов. Поляризационная кривая.
19. Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их характеристики. Ионометрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Потенциометрическое титрование с неполяризованными и поляризованными электродами.
20. Кулонометрия. Прямая потенциостатическая и гальваностатическая кулонометрия. Кулонометрическое титрование, его возможности и преимущества.
21. 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.
22. Кондуктометрия. Прямая низкочастотная кондуктометрия и кондуктометрическое титрование. Использование кондуктометрических датчиков в хроматографии и других методах анализа.
23. Теоретические основы методов атомной оптической спектроскопии. Атомные спектры эмиссии, поглощения и флуоресценции. Резонансное поглощение. Самопоглощение, ионизация. Аналитические линии. Зависимость аналитического сигнала от концентрации.
24. 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.
25. 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.
26. Атомно-флуоресцентная спектроскопия. Принцип метода. Способы возбуждения атомов (УФ излучение, лазер). Взаимное влияние элементов и устранение этих влияний. Практическое применение.

27. Методы рентгеноспектрального анализа (РСА). Классификация эмиссионных методов РСА. Закон Мозли. Качественный и количественный анализ. Матричные эффекты. Типы рентгеновских спектрометров. Сравнительная характеристика методов. Практическое применение.
28. Теоретические основы молекулярной оптической спектроскопии.. Молекулярные спектры поглощения, испускания. Основные законы светопоглощения и испускания. Рассеяние света. Поляризация и оптическая активность. Способы измерения аналитического сигнала.
29. Спектрофотометрия. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Спектроскопия отражения. Достоинства и ограничения методов. Практическое применение.
30. Люминесцентные методы. Виды люминесценции. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Качественный и количественный анализ.
31. ИК- и рамановская (комбинационного рассеяния) спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественный и количественный анализ. Особенности анализа проб в различном агрегатном состоянии.
32. Методы масс-спектрометрии. Способы масс- спектрометрического анализа, регистрация и интерпретация спектров. Качественный и количественный анализ. Метод изотопного разбавления. Хромато-масс-спектрометрия.
33. Теоретические основы хроматографических методов анализа. Основные понятия. Теория равновесной хроматографии. Классификация хроматографических методов. Уравнение Ван-Деемтера. Общие подходы к оптимизации процесса хроматографического разделения веществ. Способы осуществления хроматографического процесса. Реакционная газовая хроматография. Особенности капиллярных колонок. Способы элюирования веществ. Детекторы.
34. 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. Газо-адсорбционная хроматография с программированным подъемом температуры. Детекторы. Примеры применения.
35. Газо-жидкостная хроматография. Принцип метода. Объекты исследования. Требования к носителям и неподвижным жидким фазам. Влияние природы жидкой фазы и разделяемых веществ на эффективность разделения.
36. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Сущность метода. Применение для идентификации веществ, для анализа сложных смесей, объектов окружающей среды.
37. 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.
38. 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.
39. Ионная хроматография. Особенности метода. Двухколоночный и одноколоночный варианты метода. Сорбенты. Детекторы. Примеры применения.
40. Ион-парная хроматография. Принцип метода. Роль неподвижной фазы и вводимого в элюент противоиона. Области применения.

41. Эксклюзионная хроматография. Особенности механизма удерживания молекул. Характеристики сорбентов и подвижных фаз. Возможности и примеры применения. Гель-хроматография. Области применения.
42. Тонкослойная хроматография. Сущность метода и области применения.
43. Процессы и реакции, лежащие в основе методов разделения и концентрирования. Термодинамические и кинетические характеристики разделения и концентрирования. Классификация методов. Сочетание разделения и концентрирования с методами определения. Принципы выбора метода разделения и концентрирования.
44. Сорбционные методы разделения и концентрирования. Классификация по механизму взаимодействия вещества с сорбентом, способу осуществления процесса, геометрическим признакам неподвижной фазы. Количественное описание сорбционных процессов. Сорбенты.
45. 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.
46. Метрологические основы химического анализа Аналитический сигнал. Результат анализа как случайная величина. Погрешности, способы их классификации, основные источники погрешностей. Стандартные образцы.
47. Систематические погрешности в химическом анализе. Правильность и способы подтверждения правильности. Законы сложения погрешностей. Релятивизация, контрольный опыт. Рандомизация.
48. Случайные погрешности в химическом анализе. Генеральная и выборочная совокупности результатов химического анализа. Закон нормального распределения результатов анализа, его проверка.
49. Распределение Пуассона. Статистика малых выборок. Воспроизводимость. Статистические критерии: математическое ожидание (генеральное среднее) и генеральная дисперсия случайной величины, выборочное среднее, выборочная дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность и доверительный интервал.
50. Сравнение двух (критерий Фишера) и нескольких (критерии Бартлера, Кохрена) дисперсий. Сравнение двух (критерий Стьюдента) и нескольких (критерий Фишера) средних результатов химического анализа.
51. Чувствительность. Коэффициент чувствительности. Предел обнаружения, нижняя граница определяемых содержаний, их статистическая оценка.
52. 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.
53. 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.
54. 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.

55. 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.

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

а) основная литература:

1. Основы аналитической химии: [учеб. для вузов]: в 2 кн. / Алов Н.В., Барбалат Ю.А., Дорохова Е.Н., Золотов Ю.А., Иванова Е.К. Кн. 2. - М.: Высшая школа, 2002. - 494 с
2. М.Ф. Куприянов, А.Г. Рудская, Н.Б. Кофанова Современные методы структурного анализа веществ: учебник / Куприянов М.Ф., Рудская А.Г., Кофанова Н.Б. - Ростов-на-Дону:Издательство ЮФУ, 2009. - 288 с. [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://znanium.com/bookread2.php?book=555508>
3. Бёккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза [Электронный ресурс] / Бёккер Ю. - М. Техносфера, 2009. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785948362120.html>

б) дополнительная литература:

1. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс] / Харитонов Ю.Я. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429341.html>
2. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс] / Ю.Я. Харитонов - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html>
3. Отто М. - Современные методы аналитической химии. - М.: Техносфера, 2006. - 416 с.

в) программное обеспечение и Интернет-ресурсы

Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Задачи и вопросы по аналитической химии. М.: Мир, 2001. 267 с. [Электронный ресурс]:

<http://www.chem.msu.ru/rus/books/2001-2010/dorohova/all.pdf>

Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа. Методическое пособие для специального курса. МГУ, 2007. [Электронный ресурс]:

<http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/analyt/chrom/part1.pdf>

Гармаш А.В., Сорокина М.Н. Метрологические основы аналитической химии [Электронный ресурс]:

<http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/analyt/garmash.pdf>,

Сайт научного совета по аналитической химии РАН: <http://www.rusanalytchem.org>

SpringerLink: <http://link.springer.com>

Журнал «Успехи химии»: <http://www.uspkhim.ru>

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины

- помещения для проведения занятий: лекционного типа, семинарского типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации, а также помещения для хранения и профилактического обслуживания

оборудования и помещения для самостоятельной работы обучающихся, оснащенные компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду ННГУ;

- материально-техническое обеспечение, необходимое для реализации дисциплины, включая лабораторное оборудование;
- лицензионное программное обеспечение: *Windows, Microsoft Office*;
- обучающиеся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья обеспечиваются электронными и (или) печатными образовательными ресурсами в формах, адаптированных к ограничениям их здоровья.

Рабочая программа учебной дисциплины составлена в соответствии с учебным планом, Положением о подготовке научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре (адъюнктуре) (Постановление Правительства РФ от 30.11.2021 № 2122), Федеральными государственными требованиями к структуре программ подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре (адъюнктуре) (Приказ Минобрнауки РФ от 20.10.2021 № 951).

Автор:

Профессор кафедры аналитической и медицинской химии
химического факультета, д.х.н., профессор

_____ Нипрук О.В.

Рецензент:

Заведующий кафедрой физической химии
химического факультета, д.х.н., профессор

_____ Маркин А.В.

Заведующий кафедрой

аналитической и медицинской химии
химического факультета, д.х.н., профессор

_____ Князев А.В.

Программа рекомендована на заседании кафедры аналитической и медицинской химии химического факультета от «___» _____ 2022 г. протокол № ____.

Программа одобрена на заседании Методической комиссии химического факультета от «___» _____ 2022 г. протокол № ____.