

**ФГАОУ ВПО "Казанский (Приволжский) федеральный университет"**



**УТВЕРЖДАЮ**

Проректор по научной деятельности

Д.К. Нургалиев

« \_\_\_\_\_ 201 г.

**Программа кандидатского экзамена по специальности**

**Отрасль науки Химические науки**

02.00.02- Аналитическая химия

Казань  
2012

## 1. *Вопросы программы кандидатского экзамена по специальности*

02.00.02–Аналитическая химия  
(шифр) (наименование)

### 1. Общие вопросы

1. Предмет аналитической химии. Цели и особенности аналитической химии и аналитической службы. Взаимосвязь аналитической химии с другими науками, значение для общества. Междисциплинарный характер современной аналитической химии. Аналитические задачи: обнаружение, идентификация, определение веществ.
2. Химические, физические и биологические методы аналитической химии. Методы обнаружения, идентификации, разделения и концентрирования, определения; гибридные и комбинированные методы. Методы прямые и косвенные.
3. Основные характеристики методов определения: коэффициент чувствительности, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность. Метод и методика.
4. Виды химического анализа: изотопный, атомный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Специфичные свойства отдельных видов анализа: локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой).

### 2. Методы анализа

#### 2.1. *Химические методы*

##### 2.1.1. *Теоретические основы*

5. Количественные характеристики равновесий: термодинамическая и концентрационные константы, стандартный и формальный потенциалы, мольная доля компонента. Расчеты активностей и равновесных концентраций компонентов.
6. Кислотно-основное равновесие. Развитие представлений о кислотах и основаниях. Краткий исторический аспект. Использование протолитической теории Брестеда-Лоури для описания кислотно-основных равновесий. Растворители и их свойства: классификация. Влияние свойств растворителей на равновесие кислотно-основных реакций. Константы кислотности и основности. Буферные растворы.
7. Комплексообразование. Типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости и их расчет в зависимости от условий реакций комплексообразования. Инертные и лабильные комплексы. Примеры использования комплексов в аналитических целях.
8. 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 использования реакций комплексообразования в аналитических целях.

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

10. 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*

11. Сущность, значение, достоинства и ограничения гравиметрических методов. Требования, предъявляемые к осадкам. Важнейшие неорганические и органические осадители.

### *2.1.3. Титриметрические методы*

12. Сущность титриметрических методов анализа. Основные закономерности. Первичные и вторичные стандарты. Виды титрования (прямое, обратное, косвенное). Метод пипетирования и отдельных навесок. Кривые титрования. Точка эквивалентности, конечная точка титрования.

13. Кислотно-основное титрование в водных средах. Кривые титрования для одно- и многоосновных систем. Понятие об индикаторах и их выбор. Граничные условия и возможности кислотно-основного титрования. Особенности титрования в органических и смешанных растворах.

14. Окислительно-восстановительное титрование. Первичные и вторичные стандартные растворы. Кривые титрования. Индикаторы. Предварительное окисление и восстановление определяемых соединений. Краткая характеристика различных методов: перманганатометрии, дихроматометрии, иодометрии.

15. Комплексометрическое титрование. Использование аминокислот в комплексометрии. Комплексы II и III – как титранты. Особенности комплексообразования. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Сущность комплексометрического титрования. Практическое использование.

16. Осадительное титрование. Условия протекания титрования, его сущность. Кривые титрования. Методы индикации конечной точки титрования. Индикаторы в осадительном титровании.

### *2.1.4. Кинетические методы*

17. Сущность методов и области их применения. Классификация кинетических методов анализа. Каталитический и некаталитический варианты. Методы определения концентрации индикаторных веществ. Сопоставление по аналитическим характеристикам: чувствительности, избирательности и точности.

### *2.1.5. Биохимические методы*

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

### *2.1.6. Электрохимические методы. Теоретические основы*

19. Основные процессы, протекающие на электродах в электрохимической ячейке. Поляризационная кривая. Классификация методов.

20. Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их характеристики. Ионметрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Потенциометрическое титрование с неполяризованными и поляризованными электродами.

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

22. Вольтамперометрия и полярография. Вольтамперометрия органических и неорганических соединений. Метрологические характеристики различных вариантов вольтамперометрии, возможности и ограничения методов. Инверсионная вольтамперометрия и ее применение в анализе. Прямые и косвенные вольтамперометрические методы.

## **2.2. Физические методы**

### *2.2.1. Методы атомной оптической спектроскопии. Теоретические основы*

23. 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. 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.

### *2.2.2. Методы молекулярной оптической спектроскопии.*

27. Молекулярные спектры поглощения, испускания. Основные законы светопоглощения и испускания. Рассеяние света. Поляризация и оптическая активность. Способы измерения аналитического сигнала.

28. Спектрофотометрия. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Достоинства и ограничения методов. Практическое применение.

29. Люминесцентные методы. Виды люминесценции. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Качественный и количественный анализ.

### *2.2.3. Методы масс-спектрометрии*

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

## **2.3. Биологические методы**

31. Сущность методов, их преимущества и ограничения. Специфика биологических методов анализа. 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*

32. 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*

33. 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.

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

35. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Сущность метода. Реакционная газовая хроматография. Применение для идентификации веществ, для анализа сложных смесей, объектов окружающей среды.

### *2.4.3. Жидкостная хроматография. Высокоэффективная жидкостная хроматография*

36. 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.

37. 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.

38. Ионная хроматография. Особенности метода. Двухколоночный и одноколоночный варианты метода. Сорбенты. Детекторы. Примеры применения.

39. Тонкослойная хроматография. Сущность метода и области применения.

### ***2.5. Другие методы разделения и концентрирования***

40. 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.

## **3. Метрология и хемотрика**

### *3.1. Метрологические основы химического анализа*

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

42. 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.

43. 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.

44. Применение регрессионного анализа для построения градуировочных зависимостей. Нахождение содержания вещества по градуировочной зависимости, статистическая оценка результата. Стандартные образцы. Аттестация и стандартизация методик.

#### **4. Анализ конкретных объектов**

##### *4.1. Аналитический цикл и стадии анализа*

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

##### *4.2. Пробоотбор и пробоподготовка*

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

47. Наиболее значимые объекты анализа. 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.

#### **2. Учебно-методическое обеспечение и информационное обеспечение программы кандидатского экзамена по специальности**

02.00.02- Аналитическая химия

##### ***Основная литература***

1. Основы аналитической химии: В 2 кн.: Кн. 1: Общие вопросы; Методы разделения: Учебник для вузов /Под ред. Золотова Ю.А. Изд. 3-е, перераб., доп. Классический университетский учебник М.: Высшая школа, 2004 -358.
2. Основы аналитической химии: В 2 кн.: Кн. 2: Методы химического анализа: Учебник для вузов /Под ред. Золотова Ю.А.). Изд. 3-е, перераб., доп. Классический университетский учебник М.: Высшая школа, 2004. – 346 с.
3. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа (в 2-х томах) / Под ред. А.А.Ищенко. – М.: Издательский центр «Академия», 2010.
4. Аналитическая химия. Проблемы и подходы (в 2-х томах) / Под ред. Р.Кельнера, Ж.-М.Мерме, М.Отто, Г.М.Видмера. М.: АСТ, 2004.
5. Кристиан Г. Аналитическая химия (в 2-х томах) / М.: Бином. Лаборатория знаний, 2008.
6. Аналитическая химия (в 3-х томах) / Под ред. Л.Н.Москвина. – М.: Издательский центр «Академия», 2008.- 308, 304 с.
7. Шараф М.А., Иллмен Л., Ковальски Б.Р. Хемометрика / Пер. с англ. Л.: Химия, 1989.
7. Отто М. Современные методы аналитической химии. Т.2. М.: Техносфера, 2004. – 288 с.

##### ***Дополнительная литература***

1. Хенце Г. Полярография и вольтамперометрия. М.: Бином. Лаборатория знаний, 2011.- 284 с.
2. Будников Г.К., Евтюгин Г.А., Майстренко В.Н. Модифицированные электроды для

- вольтамперометрии в химии, биологии и медицине. М.: Бионим. Лаборатория знаний, 2009.- 416 с.
3. Пентин Ю.А., Курамшина Г.М. Основы молекулярной спектроскопии. М.: Бионим. Лаборатория знаний, 2008.- 398 с.
  4. Шмидт В. Оптическая спектроскопия для химиков и биологов. М.: Техносфера, 2007.- 368 с.
  5. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза. М.: Техносфера, 2009. 472 с.
  6. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии / Пер. с англ. В 2 т. М.: Мир, 1979.
  7. Гольдберг К.А., Вигдергауз М.С. Введение в газовую хроматографию. М.: Химия, 1990.
  8. Перес-Бендито Д., Сильва М. Кинетические методы в аналитической химии. М.: Мир, 1991.
  9. Хмельницкий Р.А., Бродский Е.С. Хромато-масс-спектрометрия. М.: Химия, 1983.
  10. Другов Ю.С., Зенкевич И.Г., Родин А.А. Газохроматографическая идентификация загрязнений воздуха, воды, почвы и биосред. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2005. – 752 с.

### Интернет-ресурсы:

1. <http://chem.rcn.ru> Биосенсоры в Казанском университете.
2. <http://www.novedu.ru/> Аналитическая химия. Статьи, методики, справочники.
3. <http://www.anchem.ru/> Российский химико-аналитический портал.

Программа одобрена на заседании Учебно-методической комиссии Химического института им.А.М.Бутлерова КФУ от 26 октября 2011 г., протокол № 3.

### СОГЛАСОВАНО

Директор института/декан факультета

\_\_\_\_\_  
(подпись)

В.И.Галкин  
(Ф.И.О.)

Зав. кафедрой .....

\_\_\_\_\_  
(подпись)

Г.А.Евтюгин  
(Ф.И.О.)

Зав.отд.аспирантуры и докторантуры

\_\_\_\_\_  
(подпись)

Е.М.Нуриева  
(ФИО)