

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Самарский государственный технический университет»
(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)

УТВЕРЖДАЮ
Ректор ФГБОУ ВО «СамГТУ»,
д.т.н., профессор



Д. Е. Быков

10 2023 г.

**ПРОГРАММА ВСТУПИТЕЛЬНОГО ЭКЗАМЕНА
в аспирантуру СамГТУ**

по научной специальности

1.4.2. Аналитическая химия

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

К вступительным испытаниям по программам подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре СамГТУ допускаются лица, имеющие образование не ниже высшего (специалитет или магистратура).

Прием осуществляется на конкурсной основе по результатам вступительных испытаний.

Программа вступительных испытаний по программам подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре по научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия составлена на основании федеральных государственных образовательных стандартов по направлениям, соответствующим укрупненной группе направлений подготовки 04.00.00 Химия, и, охватывает базовые дисциплины подготовки специалистов и магистров по данным направлениям.

2. ЦЕЛЬ ВСТУПИТЕЛЬНОГО ИСПЫТАНИЯ

Вступительные испытания призваны определить степень готовности поступающего к освоению основной образовательной программы аспирантуры по научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

3. ФОРМА ПРОВЕДЕНИЯ И КРИТЕРИИ ОЦЕНКИ ВСТУПИТЕЛЬНОГО ИСПЫТАНИЯ

Вступительное испытание проводится в письменной форме в соответствии с установленным приемной комиссией СамГТУ расписанием.

Поступающему предлагается ответить письменно на вопросы и (или) решить задачи в соответствии с экзаменационными заданиями, которые охватывают содержание разделов и тем программы вступительных испытаний. Для подготовки ответа поступающие используют экзаменационные листы, которые впоследствии хранятся в их личном деле.

При приеме на обучение по программам подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре результаты каждого вступительного испытания оцениваются **по пятибалльной шкале**.

Минимальное количество баллов для каждого направления подготовки, подтверждающее успешное прохождение вступительного испытания, составляет **3 балла**.

Шкала оценивания:

«**Отлично**» – выставляется, если поступающий представил развернутые, четкие ответы на основные вопросы экзаменационного билета.

«**Хорошо**» – выставляется, если поступающий представил относительно развернутые, четкие ответы на основные вопросы экзаменационного билета;

«**Удовлетворительно**» – выставляется, если поступающий представил относительно развернутые, четкие ответы на основные вопросы экзаменационного билета, при этом некоторые ответы раскрыты не полностью;

«**Неудовлетворительно**» – выставляется, если при ответе поступающего основные вопросы билета не раскрыты.

4. ПЕРЕЧЕНЬ РАЗДЕЛОВ, ТЕМ И СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

РАЗДЕЛ 1. АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

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

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

3. Виды химического анализа: изотопный, элементный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой).

4. 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.

5. 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.

6. Окислительно-восстановительное равновесие. Обратимые и необратимые реакции. Уравнение Нернста. Смешанный потенциал. Методы измерения потенциалов. Константы равновесия. Механизм окислительно-восстановительных реакций.

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

8. Сущность, значение, достоинства и ограничения прямых и косвенных гравиметрических методов. Требования, предъявляемые к осадкам.

9. Кислотно-основное титрование. 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.

11. Комплексометрическое титрование. Сущность. Использование аминокислот в комплексометрии. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Практическое использование.

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

13. 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.

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

15. 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.

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

17. 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. Подавление мешающих влияний матрицы и сопутствующих элементов. Примеры использования.

18. Атомно-абсорбционная спектрометрия. Сущность метода. Источники излучения. Пламенная атомизация. Электротермическая атомизация. Типы электротермических атомизаторов. Способы подготовки пробы. Помехи: химические и физические. Коррекция помех. Примеры использования.

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

20. Методы рентгеноспектрального анализа (РСА). Классификация эмиссионных методов РСА. Закон Мозли. Качественный и количественный анализ. Матричные эффекты. Типы рентгеновских спектрометров. Сравнительная характеристика методов. Практическое применение.

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

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

23. ИК- спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественный и количественный анализ. Особенности анализа проб в различном агрегатном состоянии.

24. Масс- спектрометрия. Регистрация и интерпретация масс-спектров. Качественный и количественный анализ. Метод изотопного разбавления. Хромато-масс-спектрометрия.

25. Активационный анализ. Нейтронно-активационный анализ. Активация заряженными частицами. Гамма-активационный анализ. Метрологические характеристики. Практическое применение. Классификация хроматографических методов. Теория равновесной хроматографии. Основные понятия. Уравнение Ван-Деемтера. Общие подходы к оптимизации процесса хроматографического разделения веществ. Способы осуществления хроматографического процесса.

27. 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.

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

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

30. 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.

31. 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.

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

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

34. Тонкослойная хроматография. Сущность метода и области применения.

35. 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.

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

37. 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.

38. Метрологические основы химического анализа. Аналитический сигнал. Результат анализа как случайная величина. Погрешности, способы их классификации, основные источники погрешностей.

39. Случайные погрешности в химическом анализе. Генеральная и выборочная совокупности результатов химического анализа. Закон нормального распределения результатов анализа, его проверка. Распределение Пуассона. Статистика малых выборок. Статистические критерии: математическое ожидание (генеральное среднее) и генеральная дисперсия случайной величины, выборочное среднее, выборочная дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность и доверительный интервал.

40. Систематические погрешности в химическом анализе. Правильность и способы проверки правильности. Контрольный опыт. Законы сложения погрешностей. Релятивизация, Рандомизация.

41. Чувствительность. Коэффициент чувствительности. Предел обнаружения, нижняя граница определяемых содержаний, их статистическая оценка. Погрешности отдельных стадий анализа и конечного результата.

42. 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.

43. Пробоотбор. Представительность пробы. Отбор проб гомогенного и гетерогенного состава; средних проб твердых, жидких и газообразных веществ; токсичных и радиоактивных проб.

44. Аккредитация аналитических лабораторий. Аттестация и стандартизация методик. Стандартные образцы.

Список рекомендованной литературы

1. Никитина Н.Г., Борисов А.Г., Хаханина Т.И. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. Учебник и практикум для прикладного бакалавриата. 4-е изд., пер. И доп. [Электронный ресурс]. М.: Юрайт. 2016. 394 с. Режим доступа: <https://biblio-online.ru/viewer/90EB442F-2F25-4151-A05F-CD36C266691F#page/1>.
2. Борисов, А. Н. Аналитическая химия. Расчеты в количественном анализе: учебник и практикум для прикладного бакалавриата. [Электронный ресурс] / А. Н. Борисов, И. Ю. Тихомирова. — 2-е изд., испр. и доп. — М.: Издательство Юрайт, 2016. — 118 с. Режим доступа: <https://biblio-online.ru/viewer/730FA9A7-4150-444A-A614-5878CE7C04DC#page/1>.
3. Аналитическая химия. Химические методы анализа: Учеб. пос. [Электронный ресурс] / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек и др. - 2-е изд., стер. - М.: НИЦ ИНФРА-М; Мн.: Нов. знание, 2014. - 542 с.: ил.; 60x90 1/16. - (Высш. обр.: Бакалавр.). Режим доступа: <http://znanium.com/bookread2.php?book=419626/>
4. 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.
5. Основы аналитической химии: [учеб. для вузов]: в 2 кн. / Большова Т.А., Брыкина Г.Д., Гармаш А.В., Долманова И.Ф., Дорохова Е.Н., Золотов Ю.А., Иванов В.М., Фадеева В.И., Шпигун О.А. Кн. 1. - М., 2002. - 351 с.
6. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа: Учебное пособие. [Электронный ресурс] / А.И. Жебентяев. - М.: НИЦ Инфра-М; Мн.: Нов. знание, 2013. - 206 с. Режим доступа: <http://znanium.com/bookread2.php?book=399829/>
7. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: практикум [Электронный ресурс]: учебное пособие / Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html>
8. Подкорытов, А.Л. Аналитическая химия. Окислительно-восстановительное титрование: учебное пособие для вузов. [Электронный ресурс]. / А.Л. Подкорытов, Л.К. Неудачина, С.А. Штин. М.: Издательство Юрайт, 2017. 60 с. Режим доступа: <https://biblio-online.ru/viewer/1DBE7179-E7D7-412C-922C-840DB6B32463#page/1>
9. Аналитическая химия. Ч. 2. Количественный анализ (оптические, рентгенофазовый и рентгеноструктурный методы) [Электронный ресурс]: Метод. указания по курсу "Аналитическая химия" / А.Д. Смирнов, А.М. Голубев, В.Н. Горячева и др. - М.: Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2007. Режим доступа: http://www.studentlibrary.ru/book/bauman_0592.html
10. 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>
11. 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>
12. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия. Сборник упражнений [Электронный ресурс]: учебное пособие [Электронный ресурс] / Ю.Я. Харитонов, Д.Н. Джабаров - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2015. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970432723.html>
13. Васильев В.П. Аналитическая химия. Кн. 1. - М.: Дрофа, 2005. - 366 с.
14. Васильев В.П. Аналитическая химия. Кн. 2. - М.: Дрофа, 2005. - 383 с.