

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Самарский национальный исследовательский университет
имени академика С.П. Королева»

УТВЕРЖДЕНА

Решением научно-технического совета
протокол № 1 от «24» января 2022 г.

Председатель НТС, первый проректор -
проректор по научно-исследовательской
работе _____ А.Б. Прокофьев

Ученый секретарь НТС _____ Л.В. Родионов



**ПРОГРАММА
КАНДИДАТСКОГО ЭКЗАМЕНА**

по научной специальности
1.4.2. Аналитическая химия

1. ОБЩИЕ ВОПРОСЫ

1.1. Введение.

Предмет аналитической химии. Структура аналитической химии. Методологические аспекты аналитической химии: индивидуальность аналитической химии, ее место в системе наук, связь с практикой. Значение аналитической химии в развитии естествознания, техники и народного хозяйства. Основные аналитические проблемы: снижение предела обнаружения, повышение точности, обеспечение экспрессности, анализ микрообъектов, анализ без разрушения, локальный анализ, дистанционный анализ. Виды анализа: изотопный, элементный, функциональный, структурный, молекулярный, фазовый. Химические, физико-химические, физические и биологические методы анализа. Макро-, микро- и ультрамикроанализ. Условность классификации аналитических методов. Единство аналитического процесса. Диалектическая связь проблемы, метода анализа, объекта анализа и определяемого компонента.

Основные этапы развития аналитической химии. Современное состояние и тенденции развития аналитической химии: инструментализация, автоматизация, математизация, увеличение доли физических методов, переход к многокомпонентному анализу. Научная химико-аналитическая литература.

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА.

2.1. Химические методы.

Основы химических методов анализа. Законы термодинамики (химическое равновесие) и кинетики в описании и управлении гомогенными и гетерогенными системами.

2.1.1. Теоретические основы.

Количественные характеристики равновесий: термодинамическая и концентрационные константы, стандартный и формальный потенциалы, степень образования (мольная доля) компонента. Расчет активностей и равновесных концентраций компонентов (pH , pM и концентрации разных комплексных форм, молекулярной и ионной растворимостей). Буферность систем (pH , pM и редокс буферы).

Кислотно-основное равновесие. Развитие представлений о кислотах и основаниях. Использование протолитической теории для описания равновесий. Влияние свойств растворителя (донорно-акцепторных, диэлектрической проницаемости, автопротолиза); классификация растворителей. Константы кислотности и основности. Функция Гаммета. Буферные растворы.

Комплексообразование. типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе. Комплексные соединения в растворе. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости. Методы определения состава комплексных соединений и расчета констант

устойчивости. Кинетика реакций комплексообразования. инертные и лабильные комплексы. Управление реакциями осаждения-растворения и окисления-восстановления с помощью комплексообразования. Примеры использования комплексов.

Окислительно-восстановительное равновесие. Обратимые и необратимые реакции. Уравнение Нернста. Стандартные и реальные (формальные) потенциалы. Смешанный потенциал. Методы измерения потенциалов. Константы равновесия. Механизм окислительно-восстановительных реакций. Каталитические, автокаталитические, сопряженные и индуцированные окислительно-восстановительные реакции.

Процессы осаждения-растворения. Равновесия в системе жидкость-твердая фаза. Константы равновесия (термодинамическое и реальное произведение растворимости); растворимость. Механизм образования и свойства кристаллических и аморфных осадков. Коллоидные системы. Загрязнения и условия получения чистых осадков. Условия полного осаждения и растворения осадков.

Органические реагенты в химическом анализе. Функционально-аналитические группы. Влияние структуры на свойства органических реагентов. Основные типы соединений, образуемых с участием органических реагентов с ионами металлов. Важнейшие органические аналитические реагенты, области их применения.

2.1.2. Гравиметрические методы.

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

2.1.3. Титриметрические методы.

Теоретические основы. Сущность и классификация. Виды титрования (прямое, обратное, косвенное). Кривые титрования. Точка эквивалентности, конечная точка титрования и методы ее индикации.

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

Окислительно-восстановительное титрование. Первичные и вторичные стандартные растворы. Кривые титрования. Индикаторы. Титрование многокомпонентных систем. Предварительное окисление и восстановление определяемых соединений. Краткая характеристика методов: перманганатометрии, иодометрии, бихроматометрии, броматометрии, цериметрии.

Комплексонометрическое титрование. Сущность, аналитические

особенности. Использование аминополикарбоновых кислот в комплексонометрии.. Этилендиаминтетрауксусная кислота и ее динатриевая соль (ЭДТА). Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Примеры практического использования комплексонометрического титрования.

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

2.1.4. Кинетические методы

Сущность методов. Индикаторные реакции, индикаторные вещества. Дифференциальный и интегральный варианты методов. Каталитический и некаталитический варианты методов. 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. Фермент-субстратные комплексы. Факторы, влияющие на скорость ферментативных реакций. Имобилизованные ферменты. Биосенсоры и ферментные электроды. Сущность иммунных методов. Иммуноферментный анализ. Радиоиммунологический анализ. Методы регистрации аналитического сигнала в биохимических и иммунных методах. Чувствительность, избирательность и точность методов. Области применения, возможности и ограничения.

2.1.6. Термические методы

Термические эффекты как причина или следствие химических реакций, фазовых и структурных превращений. Прямые термические методы анализа. Энтальпиметрия (калориметрия), термический анализ, термогравиметрия, катарометрия.

2.1.7. Газовольюмометрический анализ.

Принцип методов. Особенности и способы выполнения. Применение газовольюмометрических методов в органическом элементном анализе, для определения углерода в металлах и сплавах, при анализе дымовых газов, светильного газа.

2.1.8. Электрохимические методы

Теоретические основы. Основные процессы, протекающие на электродах в электрохимической ячейке. Кинетика электрохимических процессов. Поляризационная кривая. Классификация электрохимических методов.

Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их

характеристики. Использование прямых и косвенных потенциометрических методов в анализе и исследовании. Ионметрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Ферментные и газочувствительные электроды. Полевые транзисторы. Потенциометрическое титрование с неполяризованными и поляризованными электродами. Хронопотенциометрия прямая и инверсионная.

Кулонометрия. Прямая потенциометрическая и гальваностатическая кулонометрия – безэталонный, высокочувствительный метод анализа. Кулонометрическое титрование, его возможности и преимущества перед другими титриметрическими методами.

Вольтамперометрия. Характеристики вольтамперограмм, используемые для изучения и определения органических и неорганических соединений. Метрологические характеристики классической, осциллографической, импульсной и переменного тока полярографии, возможности и ограничения этих методов. Использование каталитических и адсорбционных токов для повышения селективности и чувствительности определения. Инверсионная вольтамперометрия и ее применение в анализе. Прямые и косвенные вольтамперометрические методы.

Кондуктометрия. Эквивалентная и удельная электропроводность. Подвижность ионов. Низкочастотная кондуктометрия: прямой метод и кондуктометрическое титрование. Использование кондуктометрических датчиков в хроматографии и других методах анализа.

Электрогравиметрия. Электролиз при контролируемом потенциале и при заданной величине тока. Применение электролиза для разделения компонентов смеси и их количественного определения.

2.2. Физические методы.

Взаимодействие вещества с электромагнитным излучением, потоками частиц, магнитным полем – основа физических методов анализа.

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. Возбуждение в дуговом и искровом разрядах. индуктивно связанная плазма. Фотографическая и фотоэлектрическая регистрация спектра. Компьютерная денситометрия. Оптические спектрометры, квантометры. Идентификация элементов по эмиссионным спектрам. Определение отдельных элементов. Способы определения содержания. Физические и химические помехи. Внутренний стандарт. Подавление

мешающих влияний матрицы и сопутствующих элементов. Примеры использования. Анализ твердых веществ и материалов, технологических растворов, других объектов.

Атомно-абсорбционная спектроскопия. Сущность метода. Источники излучения (лампы с полым катодом, безэлектродные разрядные лампы, лазеры). Пламенная атомизация. Характеристики пламен и их выбор. Типы горелок. Электротермическая атомизация. Типы электротермических атомизаторов. Способы подготовки пробы. Помехи: химические и физические. Коррекция помех (использование вспомогательного источника сплошного спектра и эффект Зеемана). 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). Основные свойства и характеристики рентгеновского излучения. Обозначения в рентгеновских спектрах.. Правила отбора. Классификация эмиссионных методов. РСА. Электроннозондовый рентгеноспектральный микроанализ (РСМА), рентгенорадиометрический анализ (РРА), рентгеноспектральный анализ с ионными возбуждением (PIXE), рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Закон Мозли. Зависимость выхода рентгеновской флуоресценции от атомного номера элемента. Факторы, определяющие интенсивность флуоресценции. Качественный и количественный анализ. Матричные эффекты. Типы рентгеновских спектрометров. Спектрометры с энергетической и волновой дисперсией. Сравнительная характеристика методов. Практическое применение.

Адсорбционный рентгеноспектральный анализ. Принцип метода. Поглощение рентгеновского излучения, края поглощения. Зависимость коэффициента поглощения от атомной массы и порядкового номера элемента. Применение метода.

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия. (РФЭС); электронная спектроскопия для химического анализа (ЭСХА). Основы метода. Зависимость кинетической энергии фотоэлектрона от энергии возбуждающего излучения и энергии связи электрона в атоме. Зависимость энергии связи от атомного номера элемента. Средняя глубина выхода фотоэлектронов. Анализ поверхности. Практическое применение.

Оже-электронная спектроскопия. Принцип метода. Зависимость энергии Оже-электронов от атомного номера элемента. Аналитические возможности и область применения.

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. Электронные спектры и энергетические переходы в молекулах. Способы синхронизации светового потока. Пути повышения избирательности определения. Способы определения концентрации веществ. Дифференциальный метод в спектрофотометрии. Анализ многокомпонентных систем. Производная спектрофотометрия. Спектрофотометрическое титрование. Спектроскопия отражения. Достоинства и ограничения методов. Практическое применение.

Люминесцентные методы. Виды люминесценции. Флуоресценция и фосфоресценция. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Тушение люминесценции. Качественный и количественный анализ. Люминесценция кристаллофосфоров.

ИК- и рамановская (комбинационного рассеяния) спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественная интерпретация спектров и количественный анализ: идентификация веществ, структурно-групповой и молекулярный анализ, определение строения индивидуальных соединений. Особенности анализа газов, растворов и твердых образцов. Спектроскопия внутреннего отражения. Спектроскопия с нарушенным полным внутренним отражением. Поглощение в микроволновой области.

Нефелометрия и турбидиметрия. Фотоакустическая спектроскопия. Полярометрия. Принципы методов и области применения.

2.2.4. Методы масс-спектрометрии

Основные способы образования ионов: электронный удар, химическая ионизация, ионизация в поле, под действием излучения лазера, в индуктивно связанной плазме, тлеющем разряде, вакуумной искре и др. способы масс-спектрального анализа, регистрация и интерпретация спектров. Качественный и количественный анализ. Анализ газообразных, жидких и твердых веществ. Изотопное разбавление в масс-спектрометрии. Локальный и послойный анализ. Области применения: изотопный, элементный и молекулярный анализ, определение газообразующих примесей. Хромато-масс-спектрометрия. типы масс-анализаторов: динамические, статические, времяпролетные.

2.2.5. Методы магнитного резонанса ядер и электронов

Теоретические основы. магнитно-дипольные переходы. Механизмы релаксации: спин-решеточная и спин-спиновая релаксация. Гиромагнитное отношение.

ЯМР- спектроскопия.: магнитный момент ядра и его взаимодействие с магнитным полем; реализация магнитного резонанса;

химический сдвиг и спиновое взаимодействие; применение для идентификации соединений.

ЭПР-спектроскопия: положение резонансного сигнала и g-фактора; электрон-ядерное, электрон-электронное взаимодействие и сверхтонкая структура спектра ЭПР; применение.

2.2.6. Ядерно-физические и радиохимические методы.

Теоретические основы. Элементарные частицы. Основные виды радиоактивного распада и ядерных излучений.

Активационный анализ. Нейтронно-активационный анализ. Основные виды взаимодействия нейтронов с атомными ядрами. Источники нейтронов. Нейтронно-активационный анализ на тепловых, резонансных и быстрых нейтронах. Особенности и источники погрешностей. метрологические характеристики метода.

Активация заряженными частицами. Определение легких элементов с низкими пределами обнаружения.

Гамма-активационный анализ. Определение неметаллов. Чувствительность и диапазон определяемых содержаний. Регистрация излучений. Гамма-спектрометры.

Деструктивный и недеструктивный активационный анализ. Способы идентификации и количественного определения элементов. Примеры использования.

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

Мессбауэровская спектроскопия. Общая характеристика метода. Аналитическая информативность метода. Области применения.

2.2.7. Метода локального анализа и анализа поверхности

Классификация, физические основы методов. Достоинства и области применения. Понятия продольной и поперечной локальности. Особенности пробоотбора и пробоподготовки. Методы, используемые в локальном анализе: масс-спектрометрия вторичных ионов и лазерная масс-спектрометрия, рентгеноспектральный микроанализ, рентгенофотоэлектронная спектроскопия, Оже-спектроскопия, методы ИК-спектроскопии поверхности, люминесцентные методы микроанализа, ядерный микроанализ и другие. Примеры использования.

2.3. Биологические методы.

Сущность биологических методов анализа, их преимущества и ограничения, место среди других методов химического анализа.

индикаторный организм. Типы индикаторных организмов: микроорганизмы, беспозвоночные, позвоночные, растения. Физиологически активные и неактивные соединения. Определение физиологически неактивных соединений (химико-биологические методы).

Взаимодействие индикаторного организма с определяемым веществом. Аналитический сигнал и способы его регистрации. Метрологические характеристики биологических методов. Области применения.

2.4.Хроматографические методы

2.4.1.Теоретические основы.

Основные понятия. Теория равновесной хроматографии. Граничные условия применимости. Размывание хроматографических пиков и их разрешение. Уравнение Ван-Деемтера. Общие подходы к оптимизации процесса хроматографического разделения веществ: выбор системы фаз, высоты и диаметра хроматографической колонки, размеров частиц неподвижной фазы. Способы осуществления хроматографического процесса. Способы заполнения хроматографических колонок и приготовления “тонких слоев”. 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. Контроль производства.

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. Примеры применения для идентификации веществ, для анализа сложных смесей, объектов окружающей среды.

Сверхкритическая флюидная хроматография. Сущность метода, особенности и отличия от газовой и жидкостной хроматографии, 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 варианта в зависимости от

полярности разделяемых веществ. 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 эффективность разделения веществ. Примеры применения для концентрирования и разделения неорганических и органических ионов.

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.

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

Эксклюзионная хроматография. Особенности механизма удерживания молекул. Характеристики сорбентов и подвижных фаз. Возможности и примеры применения. Гель-хроматография (гель-проникающая и гель-фильтрационная). Механизм разделения веществ. Характеристика гелей. Применение в органическом и неорганическом анализе.

Плоскостная хроматография. Сущность метода и области применения.

2.5. Другие методы разделения и концентрирования

Теоретические основы. процессы и реакции, лежащие в основе методов. Термодинамические и кинетические характеристики разделения и концентрирования. Классификация методов по природе процессов, числу и природе фаз, природе матрицы и концентрата. 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. Экстракция и растворимость. Основные количественные характеристики: константа распределения, константа экстракции, фактор разделения. Классификация экстракционных процессов по типу используемого экстрагента, типу образующихся соединений, технике осуществления. Основные типы соединений, используемых в экстракции. Классы экстрагентов.

Осаждение и соосаждение. Использование неорганических и органических осадителей и соосадителей для разделения и концентрирования элементов. Виды соосаждения. Основные типы коллекторов. Органические соосадители.

Электрохимические методы. Классификация. Электровыделение (электроосаждение и электрорастворение), цементация, электрофорез, изотахофорез.

Испарение, сублимация и родственные методы. Количественные характеристики. Классификация методов. Испарение, сублимация и отгонка, отгонка после химических превращений

Другие методы разделения и концентрирования: управляемая кристаллизация (направленная кристаллизация и зонная плавка), пробирная плавка и другие пирометаллургические методы, флотация, мембранные методы, химические транспортные реакции, термодиффузия.

Маскирование и демаскирование.

3. МЕТРОЛОГИЯ И ХЕМОМЕТРИКА

3.1. Метрологические основы химического анализа.

Химический анализ как метрологическая процедура. Аналитический сигнал. Результат анализа как случайная величина. Погрешности, способы их классификации, основные источники погрешностей в химическом анализе.

Систематические погрешности в химическом анализе. правильность и способы проверки правильности. Постоянная (аддитивная) и пропорциональная (мультипликативная) систематическая погрешность. Систематические погрешности I, II, III рода. Законы сложения погрешностей. Релятивизация, контрольный опыт. Рандомизация.

Случайные погрешности в химическом анализе. Генеральная и выборочная совокупности результатов химического анализа. Закон нормального распределения. 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. Характер связи между значением величины и ее стандартным отклонением (абсолютным и относительным).

Возможные причины отклонения результатов анализа от нормального распределения. Распределение Пуассона. Проверка нормального закона распределения результатов анализа. Построение гистограмм распределения. Критерий Пирсона.

Статистическая обработка результатов серийных анализов. Выявление промахов. Контрольные карты. Сравнение двух (критерий Фишера) и нескольких (критерий 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. Пути повышения чувствительности методик

анализа.

Законы распространения систематических и случайных погрешностей. 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 регрессивного анализа для построения градуировочных зависимостей. способы проверки адекватности регрессивной модели. Нахождение содержания вещества по градуировочной зависимости, статистическая оценка результата.

Математическое планирование и оптимизация аналитического эксперимента. Использование дисперсионного и многомерного регрессивного анализа в планировании эксперимента. Оценка значимости факторов. Планы второго порядка. Симплекс-оптимизация.

Метрологическое обеспечение контроля состава вещества и материалов.. Стандартные образцы. Аттестация и стандартизация методик. Аккредитация аналитических лабораторий.

3.2. Компьютерные методы в аналитической химии

Пути использования ЭВМ в аналитической химии: сбор, обработка, хранение и отображение результатов анализа, планирование и оптимизация экспериментов, управление аналитическими приборами, создание интегрированных устройств анализатор – ЭВМ. Базы данных, основные принципы их построения и использования.

Многомерные данные в химическом анализе. первичная обработка данных

Коррелированные данные. Понятие об анализе главных компонент (факторном анализе). Многомерные регрессия и градуировка. понятие о методах классификации и распознавания образов, кластерном анализе.

Обработка нелинейных зависимостей в химическом анализе. Проблема выбора начальных приближений. Построение и использование нелинейных градуировочных зависимостей. аппроксимация экспериментальных зависимостей, ее основные разновидности. Дифференцирование и интегрирование экспериментальных данных. Фурье-преобразование, его использование для фильтрации шумов и снижения пределов обнаружения. Расчеты химических равновесий: определение равновесных концентраций и констант равновесия.

4. АВТОМАТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА

Механизация и автоматизация химического анализа. Автоматизация лабораторного анализа и производственного контроля. полная и частичная автоматизация. Автоматизация периодического, дискретного анализа и

непрерывного анализа в потоке. Принципы применения и средства автоматизации. Автоматизированные приборы, системы и комплексы, автоматы-анализаторы для лабораторного и производственного анализа, роботы. Примеры современных высокоэффективных аналитических приборов-автоматов (газоанализаторы, хромато-масс-спектрометры, автоматические приборы и системы для проточно-инжекционного анализа, для отбора и анализа проб космического вещества и др.)

5. АНАЛИЗ КОНКРЕТНЫХ ОБЪЕКТОВ

5.1. Аналитический цикл и стадии анализа

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

5.2. Пробоотбор и пробоподготовка.

Представительность пробы. Проба и объект анализа. Проба и метод анализа. Отбор проб гомогенного и гетерогенного состава. способы получения средней пробы твердых, жидких и газообразных веществ. Устройства и приемы, используемые при этом. Первичная обработка и хранение проб, дозирующие устройства. Транспортировка. отбор токсичных и радиоактивных проб.

Основные операции перевода пробы в форму, удобную для анализа: растворение в различных средах, термическое разложение, сплавление, спекание, разложение под давлением, при помощи высокочастотного разряда и в плазме, в присутствии окислителей (восстановителей), комбинирование различных приемов. Способы устранения и учета загрязнений и потерь компонентов при пробоподготовке.

5.3. Основные объекты

Геологические объекты. Минералы, горные породы, руды и продукты их переработки, уголь, нефть, газ и газовый конденсат, строительные материалы. Анализ силикатов, карбонатов, железных, никелькобальтовых, полиметаллических руд. Аналитический контроль при разведке полезных ископаемых.

Металлы, сплавы и продукты металлургической промышленности. Анализ черных, цветных, редких, благородных металлов и их сплавов. Анализ неметаллических включений, определение газообразующих примесей в металлах и легирующих компонентов в сталях и сплавах.

Материалы атомной промышленности. Определение тория, урана, плутония, трансплутониевых элементов и осколков деления.

Неорганические соединения. Минеральные удобрения. Неорганические вещества высокой чистоты (в том числе полупроводниковые материалы). Определение в них примесных и легирующих микрокомпонентов. Послойный и локальный анализ кристаллов, пленочных и композиционных материалов. Определение воды в неорганических соединениях.

Органические вещества. Природные и синтетические органические вещества, элементоорганические соединения, полимеры, пластмассы, синтетические и искусственные волокна, клеи, продукты нефтепереработки, горюче-смазочные материалы, кинофотоматериалы, белки, жиры, углеводы, стимуляторы роста. Пестициды. Особенности анализа органических объектов. Отличия от неорганических объектов.

Элементный анализ органических веществ. Определение C, H, N, S, галогенов и кислорода. Автоматические приборы для элементного анализа.

Функциональный анализ. Химические методы функционального анализа. Цель химических превращений, выбор путей и способов превращения. Типовые групповые реакции. Идентификация и определение структурных фрагментов и строения органических соединений (сопряженные и несопряженные кратные связи, циклические и линейные структуры, ароматические ядра, стереоизомеры). Физические методы функционального анализа: ИК-спектроскопия, масс-спектрометрия, ЯМР.

Молекулярный анализ органических объектов. Особенности разделения органических веществ. Интерпретация аналитических откликов на групповые реакции и индивидуальные соединения. Интегральные аналитические оценки (“число омыления”, “йодное число”). Хроматографические методы молекулярного анализа.

Определение воды в органических соединениях. Метод Фишера.

Анализ высокомолекулярных веществ. Определение средней молекулярной массы и молекулярно-массового распределения, набухания, растворимости, температурных характеристик. Структурный анализ полимеров: установление химической природы, содержания и распределения мономерных звеньев, определение характеристик упорядоченности структуры.

Анализ органических материалов. Установление фазового состава композиций. Определение основных и связующих компонентов, наполнителей, стабилизаторов. Определение следов органических веществ в различных объектах. Особенности определения металлов в органических объектах. Специфика аналитических проблем в производстве органических веществ и материалов.

Биологические и медицинские объекты. Растения, кровь, ткани, выделения человека и животных. Фармацевтические препараты, ферменты. Санитарно-гигиенический контроль. Клинический анализ. Особенности анализа таких объектов.

Пищевые продукты. Определение основных компонентов (жиры,

белки, углеводы и другие) и примесей. Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в продуктах питания. Обзор методов анализа.

Объекты окружающей среды: воздух, природные и сточные воды, почвы, донные отложения. Основные источники загрязнений и основные загрязнители. требования по чистоте. ПДК и их связь с чувствительностью методов. Обзор методов анализа объектов окружающей среды, сравнение их по чувствительности, продолжительности, экономичности, доступности. Определение суммарных показателей (ХПК, БПК и др.). Тест-методы.

Специальные объекты: токсичные и радиоактивные, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, газы, космические и археологические объекты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ (учебники, монографии)

Аналитическая химия. В 3-х кн / Под ред. Л.Н. Москвина. -М: Академия. 2008, 2010. 576с., 302с.

Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. В 2-х кн. -М: Высшая школа. 2005. 615с., 559с.

Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х кн. -М: Дрофа. 2004. 368с., 384с.

Аналитическая химия. Проблемы и подходы / Под ред. Р. Кельнера — М.: АСТ. 2004. В 2-х кн. 608с., 728с.

Электроаналитические методы : теория и практика : пер. с англ. / Ред. Ф. Шольц. - М. : Бином. Лаборатория знаний, 2006. - 326с. : ил. - (Методы в химии).

Эггинс Б. Химические и биологические сенсоры : Пер. с англ. / Б. Эггинс. - М. : Техносфера, 2005. - 336с. : ил. - (Мир электроники).

Шмидт, Вернер. Оптическая спектроскопия для химиков и биологов : пер. с англ. / В. Шмидт. - М. : Техносфера, 2007. - 368 с. : ил., табл. - (Мир физики и техники).

Цитович, Игорь Константинович. Курс аналитической химии : учебник для вузов / И.К. Цитович. - 9-е изд., стер. - СПб. : Лань, 2007. - 496 с. : ил. - (Учебники для вузов).

Харитонов, Юрий Яковлевич. Примеры и задачи по аналитической химии : (гравиметрия, экстракция, неводное титрование, физико-химические методы анализа) : учеб. пособие для вузов / Ю.Я. Харитонов, В.Ю. Григорьева. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. - 304 с. : табл.

Физические методы исследования неорганических веществ : учеб. пособие для вузов / Под ред. А.Б. Никольского. - М. : Академия, 2006. - 448с : ил. - (Высшее профессиональное образование).(Допущ. УМО)

Токсикологическая химия : учебник для вузов / Под ред. Т.В. Плетеневой. - 2-е изд., испр. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2006. - 509 с. : ил.(Реком. УМО)

Соколова Н.П. Ознакомление с методом инфракрасной спектроскопии : метод. пособие / Н.П. Соколова, И.А. Гагина. - Самара : Универс-групп, 2007. - 15 с. : ил.

Смыгина, Ирина Николаевна. Определение летучих органических соединений в объектах окружающей среды с использованием хромато-десорбционных систем : Дис... канд. хим. наук: 03.00.16 - экология / И.Н. Смыгина; ГОУ ВПО Самарский государственный университет; Науч. рук. И.А. Платонов. - Самара, 2007. - 172 с. + 2 автореф. дис.

Марченко, Зигмунт. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе : пер. с польск. / З. Марченко, М. Бальцежак. - М. : Бином. Лаборатория знаний, 2007. - 712 с. : ил. - (Методы в химии).

Лурье, Юлий Юльевич. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. - 6-е изд., [перепеч. с изд. 1989 г.]. - М. : Альянс, 2007. - 447 с. : табл., схемы.

Лобачев, Анатолий Леонидович. Спектрофотометрический анализ сложных смесей : Лабораторный практикум [для студентов хим. фак. ун-та] / А.Л. Лобачев, И.В. Лобачева, Е.В. Ревинская; Самарский гос. ун-т. Каф. общей химии и хроматографии. - Самара : Самарский университет, 2005. - 22 с. : ил.

Лобачев, Анатолий Леонидович. Пробоотбор и пробоподготовка в анализе объектов окружающей среды : Учеб. пособие [для ст. курсов хим. фак.] / А.Л. Лобачев, И.В. Лобачева, Е.В. Ревинская; Самарский гос. ун-т. Каф. общей химии и хроматографии. - Самара : Самарский университет, 2005. - 29 с.

Лобачев, Анатолий Леонидович. Анализ неорганических загрязнителей питьевых и природных вод : Учеб. пособие для студ., обучающ. по спец. 020101.65 - Химия / А.Л. Лобачев, Р.Ф. Степанова, И.В. Лобачева; Самарский гос. ун-т, Каф. аналит. и экспертной химии. - Самара : Самарский университет, 2006. - 43 с. (Допущ. УМО)

Кузин, Эдуард Леонидович. Квантово-химические модели органических реагентов и комплексов в спектрофотометрическом анализе / Э.Л. Кузин. - Калининград : РГУ им. И. Канта, 2007. - 387 с. : ил.

Кто есть кто в российской аналитической химии. Доктора наук / Ред.-сост. : Ю.А. Золотов, В.И. Широкова. - М. : Изд-во ЛКИ, 2008. - 236 с. - (Биографический справочник). ISBN 978-5-382-00453-2 : 558,90

Колб, Бруно. Газовая хроматография с примерами и иллюстрациями : [учебник] : пер. с нем. / Б. Колб; Под ред. Л.А. Онучак. - 2-е изд., перераб. и доп. - Самара : Самарский университет, 2007. - 247 с. : ил.

Другов, Юрий Степанович. Пробоподготовка в экологическом анализе : практическое руководство / Ю.С. Другов, А.А. Родин. - 3-е изд., доп. и перераб. - М. : Бином. Лаборатория знаний, 2009. - 855 с. : ил. - (Методы в химии).

Другов, Юрий Степанович. Анализ загрязненных биосфер и

пищевых продуктов : практич. руководство / Ю.С. Другов, А.А. Родин. - М. : Бинوم. Лаборатория знаний, 2007. - 295 с. : ил. - (Методы в химии).

Другов, Юрий Степанович. Анализ загрязненной почвы и опасных отходов : практич. руководство / Ю.С. Другов, А.А. Родин. - М. : Бинум. Лаборатория знаний, 2007. - 424 с. : ил. - (Методы в химии).

Гильманшина, Сурия Ирековна. Основы аналитической химии : Курс лекций : Учебное пособие для вузов / С.И. Гильманшина. - 2-е изд. - СПб : Питер, 2006. - 224 с. : ил. - (Учебное пособие).(Допущ. УМО)

Всероссийская конференция "Теория и практика хроматографии. Хроматографии и нанотехнологии" : Тезисы докладов: 6-10 июня 2009 г., Самара / Самарский гос. ун-т. - Самара : Универс групп, 2009. - 250 с. : ил.

Белякова Л.Д. Газовая хроматография : метод. пособие / Л.Д. Белякова, О.Г. Ларионов. - Самара : Универс-групп, 2007. - 11 с. : ил.

Белоусова, Зоя Петровна. Пищевые токсиканты : Учеб. пособие для вузов / З.П.. Белоусова; Самарский гос.ун-т. Каф. органической химии. - 2-е изд., испр. - Самара : Самарский университет, 2005. - 46с.

Актуальные проблемы неорганической и аналитической химии : межвуз. тематич. сб. науч. тр.. вып. 3 / под ред. В.А. Фунтикова. - Калининград : РГУ им. И. Канта, 2007. - 114 с. : ил.

Актуальные проблемы неорганической и аналитической химии : Межвузовский тематический сборник научных трудов. Вып. 1 / Под ред. В.А. Фунтикова. - Калининград : Изд-во РГУ им. И. Канта, 2005. - 110 с. : ил

Статьи

Химия и технология воды. - Б.г.

Гончарук В. В. Методы определения перхлоратов / В. В. Гончарук, О. В. Зуй, Н. Ф. Кущевская. - Б.г. . - (Аналитическая химия воды).

Химия и технология воды. - Б.г.

Портативная лаборатория "Аква-тест" для анализа питьевой воды в полевых условиях / В. В. Гончарук [и др.]. - Б.г. . - (Аналитическая химия воды).

Химия в интересах устойчивого развития. - Б.г.

Лемешева С. А. Исследование особенностей состава костных тканей человека / С. А. Лемешева, О. А. Голованова, С. В. Туренков. - Б.г.

Известия вузов. Химия и химическая технология. - Б.г.

Электрохимические свойства металлокомплексов макрогетероциклических соединений, содержащих три 1, 3, 4-тиадиазольных и три 5-трет-бутилизоиндольных фрагмента / Л. Д. Ягодарова [и др.]. - Б.г. . - 2 рис., 2 табл. - (Химия).

Известия вузов. Химия и химическая технология. - Б.г.

Алыкова Т. В.(канд. хим. наук). Сорбционное концентрирование тетрациклина и его соединения с Fe (III) на силикагеле КСМГ / Т. В.

Алыкова, А. М. Салмахаева. - Б.г. . - 4 рис., 2 табл. - (Химия).

Известия вузов. Химия и химическая технология. - Б.г.

Ванчикова Е. В. (канд. хим. наук). Изучение комплексных соединений цинка (II), кадмия (II), свинца (II), меди (II) с ксиленоловым оранжевым / Е. В. Ванчикова, Б. М. Кондратенко, М. Д. Уляшева. - Б.г. . - 4 рис., 1 табл. - (Химия).

Известия вузов. Химия и химическая технология. - Б.г.

Бражникова Е. Н. Адсорбционные и оптические свойства перфторсульфоновых мембран модифицированных катионами Ni^{2+} и Cu^{2+} / Е. Н. Бражникова, А. Н. Левкин, В. Н. Пак. - Б.г. . - 5 рис. - (Химия).

Известия вузов. Химия и химическая технология. - Б.г.

Щеглова Н. В. Сравнительное спектрофотометрическое и ионохроматографическое изучение состояния ионов Pb (II) в водных растворах ЭДТА / Н. В. Щеглова, Т. В. Попова. - Б.г. . - 5 рис., 1 табл. - (Химия).

Известия Саратовского университета. Новая серия. Сер.: Химия. Биология. Экология. - Б.г.

Русанова Т. Ю. Золь-гель материалы с иммобилизованными красителями трифенилметанового ряда как чувствительные элементы оптических сенсоров pH / Т. Ю. Русанова, Н. А. Левина, С. Н. Штыков. - Б.г. . - (Научный отдел).. - (Химия).

Известия Саратовского университета. Новая серия. Сер.: Химия. Биология. Экология. - Б.г.

Сумина Е. Г. Жидкостная хроматография в подвижных фазах на основе ПАВ: закономерности и особенности / Е. Г. Сумина. - Б.г. . - (Научный отдел).. - (Химия).

Известия Саратовского университета. Новая серия. Сер.: Химия. Биология. Экология. - Б.г.

Штыков С. Н. Организованные среды как альтернатива традиционным растворителям в химическом анализе / С. Н. Штыков. - Б.г. . - (Научный отдел).. - (Химия).

Известия Саратовского университета. Новая серия. Сер.: Химия. Биология. Экология. - Б.г.

Кулапина Е. Г. Исследования в области ионометрии органических соединений на кафедре аналитической химии и химической экологии Саратовского государственного университета / Е. Г. Кулапина. - Б.г. . - (Научный отдел).. - (Химия).

Известия Саратовского университета. Новая серия. Сер.: Химия. Биология. Экология. - Б.г.

Чернова Р. К. Аналитические реакции в растворах ПАВ : теоретические и прикладные аспекты / Р. К. Чернова. - Б.г. . - (Научный отдел).. - (Химия).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Золотов Ю. А.(гл. ред.). Юбилей атомно-эмиссионного анализа / Ю. А. Золотов. - Б.г. . - (Страница главного редактора).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Карцова Л. А. Методы концентрирования в капиллярном электрофорезе / Л. А. Карцова, Е. А. Бессонова. - Б.г. . - 6 рис. - (Обзоры).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Обнаружение синтетических компонентов в пищевых матрицах с применением системы "пьезоэлектронный нос" / Т. А. Кучменко [и др.]. - Б.г. . - 6 рис. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Определение содержания полиароматических углеводородов в каменноугольном пеке / И. М. Афанасов [и др.]. - Б.г. . - 3 рис., 2 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Ya-Hong Chen. Spectrophotometric Determination of Procaine Hydrochloride with Hemoglobin as Catalyst / Ya-Hong Chen, Feng-Shou Tian, Mao-Ping Song. - Б.г. . - 5 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Determination of Atrazine in Environmental and Biological Samples Using Solid Phase Extraction and Spectrophotometry / Urmila Tamrakar [и др.]. - Б.г. . - 5 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Araujo D. M. Colorimetric Determination of Ether Amine Greases Utilized in the Flotation of Iron Ore / D. M. Araujo, M. I. Yoshida, C. F. Carvalho. - Б.г. . - 3 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Preparation of Stationary Phases for Open Tubular Capillary Electrochromatography on the Bases of Sulfated B-Cyclodextrin Intercalated in Layered Double Hydroxides / E. Hongjun [и др.]. - Б.г. . - 5 рис. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Иванова Е. В. Безреагентные ферментные сенсоры для on-line определения глицерина на основе электродов из углеродной пасты, содержащих рутениевые медиаторы / Е. В. Иванова, В. Шуман, А. Д. Рябов. - Б.г. . - 4 рис. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Монахова Ю. Б. Безэталонный спектральный анализ независимых компонент смесей : экспериментальная практика / Ю. Б. Монахова, С. А. Астахов, С. П. Муштакова. - Б.г. . - 4 рис., 7 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Калембкевич Я. Определение хрома (VI) в органической фракции почвы / Я. Калембкевич, Э. Сочо. - Б.г. . - 3 табл., 2 рис. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Грибов Л. А. Дополнительность теории молекулярных спектров и эксперимента как база безэталонных количественных анализов вещества / Л. А. Грибов, В. И. Баранов. - Б.г. . - 1 схема. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Применение инфракрасной спектроскопии в контроле содержания белков в слезной жидкости и диагностике заболеваний роговицы / О. Б. Рудаков [и др.]. - Б.г. . - 2 рис., 3 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Об оптимизации соотношения аналитический сигнал/фон в энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном анализе при использовании Si (Li) детектора / А Ю. Портной [и др.]. - Б.г. . - 3 табл., 5 рис. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Рублинецкая Ю. В. Безэталонный способ локального электрохимического анализа гетерогенных сплавов / Ю. В. Рублинецкая, Е. О. Ильиных, В. В. Слепушкин. - Б.г. . - 8 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Rezaei B. Electrocatalytic Determination of Dopamine in Pharmaceutical and Human Serum Samples by Using [N, N`-Bis (2-Pyridine Carboxamido) -1, 2-Benzene] Nickel (II) Modified Carbon Paste Electrode / B. Rezaei, S. Meghdadi, M. Rezazadeh. - Б.г. . - 3 табл, 3 рис., 2 схемы. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Карцова Л. А. Новый электрофоретический метод определения катехоламинов и их метаболитов в режиме мицеллярной электрокинетической хроматографии / Л. А. Карцова, О. В. Ганжа. - Б.г. . - 5 рис., 3 табл. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Зоров Н. Б. Книги, изданные в России (2003-2008 гг.) / Н. Б. Зоров. - Б.г. . - (Критика и библиография).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Золотов Ю. А.(гл. ред.). Лидары и другие устройства для дистанционного анализа / Ю. А. Золотов. - Б.г. . - (Страница главного редактора).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Руденко, Борис Антонович(проф., член Научных советов РАН по аналит. химии). Циркуляционная хроматография / Б. А. Руденко. - Б.г. . - 7 рис. - (Обзоры).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Гавриленко М. А. Концентрирование ацетата токоферола на поверхностном слое ацетилацетоната никеля / М. А. Гавриленко. - Б.г. . - 2 табл., 3 рис. - (Оригинальные статьи).

Журнал аналитической химии. - Б.г.

Определение платиновых металлов и золота в групповом экстракте