

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ
ИМПЕРАТОРА ПЕТРА I

Факультет технологии и товароведения

«Утверждаю»

И.о. проректора по научной работе

Семенов С.Н.



«25» декабря 2024г

ПРОГРАММА

вступительных испытаний по специальной дисциплине

Аналитическая химия

программа подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре

по научной специальности 1.4.2 Аналитическая химия

Программу разработал:

проф. Шапошник А.В.

Воронеж
2024

Программа составлена в соответствии с Приказом Минобрнауки России от 20.10.2021г № 951 Об утверждении федеральных государственных требований к структуре программ подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре (адъюнктуре), условиям их реализации, срокам освоения этих программ с учетом различных форм обучения, образовательных технологий и особенностей отдельных категорий аспирантов (адъюнктов)

Программа утверждена на заседании кафедры химии

Протокол № 4 от «22» ноября 2024г.

Заведующий кафедрой

 Шапошник А.В.

Программа рекомендована к использованию методической комиссией факультета технологии и товароведения

Протокол № 4 от «17» декабря 2024г.

Председатель методической комиссии

 Колобаева А.А.

Содержание дисциплины

РАЗДЕЛ 1. Химические методы анализа (титриметрический анализ)

Классификация методов аналитической химии. Понятие об аналитических реакциях, требования, предъявляемые к ним. Количественные характеристики полноты протекания реакций - константы равновесия. Основная, побочная, специфическая и избирательная реакции. Маскировка. Чувствительность, открываемый минимум, предельное разбавление.

Элементы метрологии и статистической обработки результатов анализа. Точные и приближенные числовые значения. Значащие цифры приближенного числа. Правило округления чисел. Точность измерения. Абсолютные, относительные, случайные, систематические и грубые погрешности. Воспроизводимость и правильность результатов анализа. Стандартное отклонение. Доверительный интервал. Статистическая обработка результатов анализа при малом числе измерений.

Титриметрический анализ. Сущность метода. Классификация методов титриметрического анализа. Требования, предъявляемые к реакциям в титриметрическом анализе. Титрование. Точка эквивалентности и конечная точка титрования, способы ее фиксации. Кривая титрования. Выбор индикатора. Способы титрования: прямое, обратное, заместительное. Погрешности титриметрического анализа. Источники погрешности. Стандартные и стандартизированные растворы. Фиксаналы. Измерительная посуда. Вычисления в титриметрическом анализе. Титр по определяемому веществу.

Кислотно-основное титрование (метод нейтрализации). Сущность метода. Вычисление pH в различные моменты титрования и построения кривых титрования сильных и слабых кислот и оснований. Кислотно-основные индикаторы, фиксация конечной точки титрования. Область перехода окраски индикатора. Показатель титрования (pT) индикатора. Наиболее распространенные кислотно-основные индикаторы. Выбор индикатора.

Комплексометрическое титрование. Сущность метода. Требования к реакциям комплексообразования. Хелатометрия: использование аминокполикарбоновых кислот в титриметрическом анализе. Этилендиаминтетрауксусная кислота и ее натриевая соль (комплексон III, ЭДТА) как хелатообразующий реагент. Металлохромные индикаторы, их роль в процессе титрования.

Окислительно-восстановительное титрование. Сущность метода. Методы анализа: перманганатометрия и йодометрия. Индикаторы, применяемые в окислительно-восстановительном титровании. Приготовление раствора перманганата калия и его стандартизация. Стандартизация раствора тиосульфата натрия. Крахмал как индикатор.

Перечень экзаменационных вопросов по разделу

1. Классификация методов аналитической химии.
2. Требования к аналитическим реакциям.
3. Погрешности анализа, способы их учета.
4. Виды ошибок: систематическая, случайная, грубая.
5. Приближенные вычисления.
6. Обработка результатов прямых измерений.
7. Правила округления погрешности и записи результата анализа.
8. Элементы метрологии в химическом анализе. Критерии воспроизводимости, доверительный интервал.
9. Обработка результатов для небольшого числа измерений.
10. Титриметрический анализ, его сущность.
11. Методы титриметрического анализа.
12. Способы выполнения титриметрического анализа.
13. Растворы и измерительная посуда в титриметрическом анализе.

14. Титрование. Точка эквивалентности и конечная точка титрования.
15. Кривая титрования и ее назначение.
16. Кислотно-основные индикаторы.
17. Интервал перехода окраски индикатора, показатель титрования (рТ).
18. Выбор индикатора в кислотно-основном титровании.
19. Сущность метода комплексометрического титрования.
20. Металлохромные индикаторы, их назначение и роль в процессе титрования.
21. Окислительно-восстановительное титрование и его сущность.
22. Установление точки эквивалентности в окислительно-восстановительном титровании.
23. Окислительно-восстановительные индикаторы.
24. Перманганатометрия, сущность метода, условия его выполнения.
25. Йодометрия, сущность метода, условия его выполнения. Крахмал как индикатор.

Рекомендуемая литература

1. Жебентяев Александр Ильич. Аналитическая химия. Химические методы анализа [электронный ресурс] : Учебное пособие / А. И. Жебентяев, А. К. Жерносек, И. Е. Талуть .— 2 .— Москва : ООО "Научно-издательский центр ИНФРА-М", 2023 .— 542 с. — ВО - Бакалавриат .— ISBN 978-5-16-004685-3 .— ISBN 978-5-16-108551-6 .— ISBN 978-985-475-623-2 .— <URL:https://znanium.com/catalog/document?id=422800> .— <URL:https://znanium.com/cover/1940/1940916.jpg>.
2. Остапова Е. В. Аналитическая химия. Химические методы анализа : лабораторный практикум [Электронный ресурс] / Е. В. Остапова, Е. А. Макаревич .— Кемерово : КузГТУ имени Т.Ф. Горбачева, 2020 .— 76 с. — Книга из коллекции КузГТУ имени Т.Ф. Горбачева - Химия .— ISBN 978-5-00137-149-6 .— <URL:https://e.lanbook.com/book/145129> .— <URL:https://e.lanbook.com/img/cover/book/145129.jpg>.
3. Зенкевич И. Г. Аналитическая химия. Химический анализ [Электронный ресурс] / И. Г. Зенкевич, С. С. Ермаков, Л. А. Карцова, Д. О. Кирсанов, А. Л. Москвин, Л. Н. Москвин, В. М. Немец, В. В. Панчук, О. В. Родинов, В. Г. Семенов, Н. И. Слесарь, М. Н. Сляднев, Н. М. Якимова .— 2-е изд., стер. — Санкт-Петербург : Лань, 2022 .— 444 с.— <URL:https://e.lanbook.com/book/187755> .— <URL:https://e.lanbook.com/img/cover/book/187755.jpg>.
4. Попова Л. Ф. Аналитическая химия. Химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / Л. Ф. Попова .— Архангельск : САФУ, 2019 .— 153 с. — Книга из коллекции САФУ - Химия .— ISBN 978-5-261-01426-3 .— <URL:https://e.lanbook.com/book/161926> .— <URL:https://e.lanbook.com/img/cover/book/161926.jpg>.
5. Вершинин В. И. Аналитическая химия [Электронный ресурс] / В. И. Вершинин, И. В. Власова, И. А. Никифорова.— 4-е изд., стер. — Санкт-Петербург: Лань, 2022.— 428с.— <URL:https://e.lanbook.com/book/187750> .— <URL:https://e.lanbook.com/img/cover/book/187750.jpg>.
6. Мовчан Н. И. Аналитическая химия [электронный ресурс] : Учебник / Н. И. Мовчан, Р. Г. Романова .— 1 .— Москва : ООО "Научно-издательский центр ИНФРА-М", 2022 .— 394 с.— <URL:http://znanium.com/catalog/document?id=378248> .— <URL:https://znanium.com/cover/1693/1693697.jpg>.

РАЗДЕЛ 2. Физико-химические методы анализа

Роль физико-химических методов в современной аналитической химии.

Физико-химические явления и процессы в анализе. Современная классификация ФХМА. Их особенности и преимущества по сравнению с классическими химическими методами. Области применения физико-химических методов.

Явления испускания и поглощения электромагнитной энергии. Электромагнитный спектр вещества. Спектральные линии. Классификация оптических методов анализа. Молекулярная спектроскопия. Теоретические основы фотометрии. Основной закон светопоглощения (Бугера – Ламберта – Бера). Оптическая плотность, молярный коэффициент поглощения и его зависимость от различных факторов. Фотоэлектроколориметрия как разновидность фотометрического анализа. Сущность метода. Принцип работы и оптическая схема фотоэлектроколориметра. Выбор оптимальных условий проведения фотометрических определений. Методы определения концентрации веществ в фотометрическом анализе. Спектрофотометрический анализ. Принцип работы и оптическая схема спектрофотометра, его отличие от фотоэлектроколориметра. Области применения фотометрического анализа.

Явления рассеяния и поглощения света. Нефелометрия. Закон Рэлея. Турбидиметрия. Оптическая плотность и молярный коэффициент мутности. Нефелометрия и турбидиметрия в химическом анализе.

Преломление света. Относительный показатель преломления. Рефрактометрический анализ. Принципиальная схема рефрактометра. Метод предельного угла. Области применения рефрактометрического анализа.

Плоскополяризованный свет. Вращение плоскости поляризации растворами оптически активных веществ. Поляриметрический анализ. Принцип работы и оптическая схема поляриметра. Области применения поляриметрического анализа.

Фотолюминесценция. Хемилюминесценция. Фосфоресценция. Флуоресценция. Метод молекулярной люминесцентной (флуоресцентной) спектроскопии. Сущность метода. Области применения фотолюминесценции.

Методы атомной спектроскопии. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. Сущность метода. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрофотометра. Области применения метода атомной спектроскопии.

Фотометрия пламени как разновидность эмиссионного спектрального анализа. Сущность метода. Принципиальная схема пламенного фотометра. Области применения фотометрии.

Основные понятия электрохимии. Двойной электрический слой и равновесный потенциал электрода в растворе. Уравнение Нернста. Стандартный электродный потенциал. Электрохимический ряд напряжений металлов. Гальванический элемент. Электродвижущая сила гальванического элемента. Индикаторный электрод и электрод сравнения. Электропроводность растворов электролитов. Электролиз. Законы Фарадея. Вольтамперограмма. Классификация электрохимических методов анализа.

Потенциометрия. Классификация потенциометрических методов анализа. Основные приемы ионометрии. Метод градуировочного графика. Метод добавок. Потенциометрическое титрование. Интегральная и дифференциальные кривые потенциометрического титрования, кривая Грана. Определение точки эквивалентности с помощью кривых титрования. Виды электродов и приемы работы с ними. Индикаторные электроды. Стекланный электрод для измерения рН растворов. Электроды сравнения. Приборы и техника измерений в потенциометрии. Области применения потенциометрии.

Кондуктометрия. Теоретические основы метода. Удельная электропроводность. Эквивалентная электропроводность. Формула Кольрауша. Прямые кондуктометрические измерения. Принцип работы кондуктометра. Мост Уитстона. Аналитическое использование прямой кондуктометрии. Кондуктометрическое титрование. Кривые кондуктометрического титрования. Определение точки эквивалентности с помощью кривых титрования. Преимущества кондуктометрического титрования. Области применения кондуктометрии.

Кулонометрический метод анализа. Теоретические основы. Потенциостатическая и амперостатическая кулонометрия. Кулонометрическое титрование. Кривые кулонометрического титрования. Определение точки эквивалентности с помощью кривых

титрования. Преимущества кулонометрического титрования. Области применения кулонометрического метода анализа.

Полярографический метод анализа. Теоретические основы. Прямая полярография. Виды электродов: поляризующийся катод, неполяризующийся анод. Полярографическая волна (вольтамперограмма). Качественный и количественный анализ с помощью полярографической волны. Виды амперометрического титрования. Кривые амперометрического титрования. Определение точки эквивалентности с помощью кривых титрования. Области применения полярографии.

Хроматография. Основные хроматографические термины: сорбент, сорбат, элюент, элюат. Хроматограмма. Хроматографические условия. Время удерживания вещества. Селективность. Разрешение. Классификация хроматографических методов анализа. Виды хроматографов. Принципиальная схема хроматографа. Виды детектирования в газовой и жидкостной хроматографии.

Бумажная хроматография. Теоретические основы метода. Хроматограмма. Различные виды бумажной хроматографии. Разделение и обнаружение ионов методом бумажной хроматографии. Тонкослойная хроматография.

Ионообменная хроматография. Основные положения ионного обмена. Иониты и их свойства. Обменная емкость и степень набухания. Зависимость обменной емкости от pH раствора. Подвижная фаза в ионообменной хроматографии. Теоретические основы разделения. Ионообменная хроматография биохимических смесей. Ионная хроматография как вариант ионообменной хроматографии. Области применения хроматографических методов анализа.

Жидкостная хроматография. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Теоретические основы метода. Нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты ВЭЖХ. Методы детектирования в ВЭЖХ. Качественный и количественный анализ смеси аминокислот методом обращенно-фазовой ВЭЖХ. Основные области применения ВЭЖХ методов анализа.

Мембранные методы разделения и концентрирования. Электродиализ и обратный осмос. Основные принципы методов, схемы процессов, их применение.

Экстракция. Теоретические основы метода, механизм процесса. Факторы, способствующие экстракции.

Перечень экзаменационных вопросов по разделу

1. Физико-химические явления и процессы в анализе. Современная классификация ФХМА.
2. Особенности и преимущества ФХМА по сравнению с классическими химическими методами.
3. Явления испускания и поглощения электромагнитной энергии. Электромагнитный спектр вещества. Спектральные линии. Классификация оптических методов анализа.
4. Фотоколориметрический анализ, сущность метода.
5. Взаимодействие света с веществом. Основные закономерности светопоглощения (законы Бугера-Ламберта, Бугера-Ламберта-Бера).
6. Оптическая плотность, молярный коэффициент светопоглощения. Пропускание, коэффициент пропускания.
7. Спектры поглощения. Светофильтры. Выбор спектральной области для фотометрических измерений.
8. Принципиальные схемы устройства фотоколориметров. Метод градуировочного графика. Точность анализа и области применения.
9. Молекулярная спектроскопия. Теоретические основы фотометрии.
10. Оптическая плотность, молярный коэффициент поглощения и его зависимость от различных факторов.
11. Выбор оптимальных условий проведения фотометрических определений. Методы

- определения концентрации веществ в фотометрическом анализе.
12. Спектрофотометрический анализ. Принцип работы и оптическая схема спектрофотометра, его отличие от фотоэлектроколориметра.
 13. Турбидиметрия. Оптическая плотность и молярный коэффициент мутности.
 14. Явления рассеяния и поглощения света суспензиями. Нефелометрия. Закон Рэлея.
 15. Преломление света. Относительный показатель преломления.
 16. Рефрактометрический анализ. Принципиальная схема рефрактометра. Метод предельного угла.
 17. Плоскополяризованный свет. Вращение плоскости поляризации растворами оптически активных веществ. Поляриметрический анализ.
 18. Принцип работы и оптическая схема поляриметра.
 19. Метод молекулярной люминесцентной (флуоресцентной) спектроскопии. Сущность метода. Области применения.
 20. Методы атомной спектроскопии. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. Сущность метода.
 21. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрофотометра.
 22. Фотометрия пламени как разновидность эмиссионного спектрального анализа. Сущность метода. Принципиальная схема пламенного фотометра.
 23. Двойной электрический слой и равновесный потенциал электрода в растворе. Уравнение Нернста. Стандартный электродный потенциал.
 24. Электрохимический ряд напряжений металлов. Гальванический элемент. Электродвижущая сила гальванического элемента.
 25. Индикаторный электрод и электрод сравнения.
 26. Электролиз. Законы Фарадея. Вольтамперограмма.
 27. Классификация электрохимических методов анализа.
 28. Основные приемы ионметрии. Метод градуировочного графика. Метод добавок.
 29. Потенциометрический анализ, сущность метода.
 30. Потенциометрическое титрование. Интегральная и дифференциальные кривые потенциометрического титрования.
 31. Виды электродов и приемы работы с ними. Индикаторные электроды. Стекланный электрод для измерения рН растворов. Электроды сравнения.
 32. Приборы и техника измерений в потенциометрии.
 33. Кондуктометрия. Теоретические основы метода.
 34. Удельная электропроводность. Эквивалентная электропроводность. Формула Кольрауша. Прямые кондуктометрические измерения.
 35. Принцип работы кондуктометра. Мост Уитстона. Аналитическое использование прямой кондуктометрии.
 36. Кондуктометрическое титрование. Кривые кондуктометрического титрования.
 37. Кулонометрический метод анализа. Теоретические основы. Потенциостатическая и амперостатическая кулонометрия.
 38. Кулонометрическое титрование. Кривые кулонометрического титрования. Определение точки эквивалентности с помощью кривых титрования.
 39. Полярографический метод анализа. Теоретические основы. Прямая полярография.
 40. Виды электродов: поляризующийся катод, неполяризующийся анод. Полярографическая волна (вольтамперограмма).
 41. Качественный и количественный анализ с помощью полярографической волны.
 42. Виды амперометрического титрования. Кривые амперометрического титрования.
 43. Определение хроматографии. Основные хроматографические термины. Сорбент. Сорбат. Элюент. Элюат. Хроматограмма. Хроматографические условия. Время удерживания вещества. Селективность. Разрешение.
 44. Классификация хроматографических методов анализа.
 45. Виды хроматографов. Принципиальная схема хроматографа. Виды детектирования

- в газовой и жидкостной хроматографии.
46. Ионнообменная хроматография. Основные положения ионного обмена.
 47. Иониты и их свойства. Обменная емкость и степень набухания. Зависимость обменной емкости от pH раствора.
 48. Подвижная фаза в ионнообменной хроматографии. Теоретические основы разделения.
 49. Ионная хроматография как вариант ионнообменной хроматографии. Практическое использование ионнообменной хроматографии для аналитических целей.
 50. Жидкостная хроматография. Теоретические основы метода.
 51. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Теоретические основы метода.
 52. Нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты ВЭЖХ.
 53. Методы детектирования в ВЭЖХ. Качественный и количественный анализ смеси аминокислот методом обращенно-фазовой ВЭЖХ.
 54. Бумажная хроматография. Теоретические основы метода.
 55. Хроматограмма. Различные виды бумажной хроматографии. Разделение и обнаружение ионов методом бумажной хроматографии.
 56. Тонкослойная хроматография. Теоретические основы метода.
 57. Мембранные методы разделения и концентрирования.
 58. Электродиализ. Основные принципы метода, схема процесса, применение.
 59. Обратный осмос. Основные принципы метода, схема процесса, применение.
 60. Экстракция. Теоретические основы метода, механизм процесса. Факторы, способствующие экстракции.

Рекомендуемая литература

1. Физико-химические методы анализа. Методы анализа биологически активных веществ и полимеров [Электронный ресурс] : учебно-методическое пособие / Е. С. Жаворонок, Н. В. Карпов, П. Ю. Деменюк, С. А. Кедик .— Москва : РТУ МИРЭА, 2020 .— 121 с. — Книга из коллекции РТУ МИРЭА - Химия .— ISBN 978-5-7339-1549-4 .— <URL:<https://e.lanbook.com/book/163896>> .— <URL:<https://e.lanbook.com/img/cover/book/163896.jpg>>.
2. Аминова Э. К. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / Э. К. Аминова .— Уфа : УГНТУ, 2019 .— 49 с. — Книга из коллекции УГНТУ - Химия .— ISBN 978-5-7831-1800-5 .— <URL:<https://e.lanbook.com/book/179267>> .— <URL:<https://e.lanbook.com/img/cover/book/179267.jpg>>.
3. Дударева, Г. Н. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / Г. Н. Дударева, Е. А. Анциферов, Л. А. Бегунова, В. И. Дударев .— Иркутск : ИРНИТУ, 2018 .— 196 с. — Книга из коллекции ИРНИТУ - Химия .— ISBN 978-5-8038-1315-6 .— <URL:<https://e.lanbook.com/book/216926>> .— <URL:<https://e.lanbook.com/img/cover/book/216926.jpg>>.
4. Валова (Копылова), Валентина Дмитриевна. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [электронный ресурс] : Учебное пособие / В. Д. Валова (Копылова), Е. И. Паршина .— Москва : Издательско-торговая корпорация "Дашков и К", 2020 .— 198 с. — ВО - Бакалавриат .— ISBN 978-5-394-03528-9 .— <URL:<https://znanium.com/catalog/document?id=358370>> .— <URL:<https://znanium.com/cover/1092/1092964.jpg>>.
5. Древин Валерий Евгеньевич. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [электронный ресурс] : Учебное пособие / В. Е. Древин, Л. А. Минченко, Л. В. Андреев .— Волгоград : ФГБОУ ВПО Волгоградский государственный аграрный

университет, 2019 .— 88 с. — ВО - Бакалавриат .—
<URL:https://znanium.com/catalog/document?id=374877> .—
<URL:https://znanium.com/cover/1289/1289034.jpg>.

КРИТЕРИИ ОЦЕНКИ ВСТУПИТЕЛЬНОГО ЭКЗАМЕНА

80-100 БАЛЛОВ – абитуриент обнаруживает системные декларативные и процедурные знания программного материала, устанавливает содержательные межпредметные и внутрипредметные связи. Свободно ориентируется в специальной литературе, в том числе, и в новейшей. Проявляет аналитический подход в освещении различных концепций, позиций, обосновывает свою точку зрения. Умеет в соответствии с планом логично, литературно и профессионально грамотно, развернуто и аргументировано формулировать свои мысли. Ответ характеризуется самостоятельностью суждений.

60-79 БАЛЛОВ – абитуриент строит свой ответ в соответствии с планом. Владеет программным материалом, ориентируется в обязательной специальной литературе, подтверждает выдвигаемые положения примерами, умеет литературно и, в целом, логично строить ответ, не допускает неточностей.

40-59 БАЛЛОВ – абитуриент обнаруживает недостаточно полные и глубокие знания программного материала. Выдвигаемые положения декларируются, но аргументируются с помощью наводящих вопросов. Абитуриент затрудняется устанавливать меж- и внутрипредметные связи. Знает основные работы из списка обязательной литературы. Ответ недостаточно логически построен и носит преимущественно описательный, а не концептуальный характер.

Менее 40 БАЛЛОВ – абитуриент обнаруживает поверхностное знание программного материала, не ориентируется в специальной литературе, слабо владеет понятийным аппаратом, затрудняется ответить на вопросы с помощью наводящих вопросов.