



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Казанский национальный исследовательский технологический университет»
(ФГБОУ ВО «КНИТУ»)

УТВЕРЖДАЮ

Зав. кафедрой АХСМК

 В.Ф. Сопин

**Программа вступительного испытания по программе подготовки научных и
научно-педагогических кадров в аспирантуре
по специальности «1.4.2 –Аналитическая химия»**

Казань, 2022

Программа вступительного испытания сформирована на основе федеральных государственных образовательных стандартов высшего образования по программам специалитета или магистратуры.

1. Вопросы вступительного испытания

1. Предмет аналитической химии. Цели и особенности аналитической химии и аналитической службы. Взаимосвязь аналитической химии с другими науками, значение для общества (народное хозяйство, окружающая среда, медицина, смежные области науки). Основные этапы развития.
2. Аналитические задачи: обнаружение, идентификация, определение веществ.
3. Методы аналитической химии. Классификации аналитических методов. Химические, физические и биологические методы. Методы обнаружения, идентификации, разделения и концентрирования, определения; гибридные и комбинированные методы. Методы прямые и косвенные. Условность классификаций.
4. Основные характеристики методов определения: чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность. Метод и методика. Продолжительность, трудоемкость, стоимость, приборное обеспечение методики анализа.
5. Виды химического анализа: изотопный, атомный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой). Анализ и контроль, их специфика.
6. Единство аналитического процесса. Диалектическая связь проблемы, метода, объекта анализа и определяемого компонента.
7. Организация аналитической службы, ее функции. Контроль технологических процессов. Результат химического анализа как показатель качества продукции.
8. Принципы унификации и стандартизации аналитических методик.
9. Химические превращения вещества – основа химических методов. Использование законов термодинамики (химическое равновесие) и кинетики для описания и управления реальными гомогенными и гетерогенными системами.
10. Количественные характеристики равновесий: термодинамическая и концентрационные константы, стандартный и формальный потенциалы, степень образования (молярная доля) компонента. Расчет активностей и равновесных концентраций компонентов (рН, рМ и концентрации разных комплексных форм, молекулярной и ионной растворимостей). Буферность систем (рН, рМ и редокс-буферы).
11. 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. Буферные растворы.
12. Комплексообразование. Типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе. Комплексные соединения в растворе. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости. Примеры использования комплексов.
13. Окислительно-восстановительное равновесие. Обратимые и необратимые реакции. Уравнение Нернста. Стандартные и реальные (формальные) потенциалы. Методы измерения потенциалов. Константы равновесия. Механизм окислительно-восстановительных реакций.
14. Равновесия раствор - твердая фаза. Константы равновесия (термодинамическое и реальное произведение растворимости); растворимость. Механизм образования и

свойства кристаллических и аморфных осадков. Загрязнения и условия получения чистых осадков. Условия полного осаждения и растворения осадков.

15. Органические реагенты в химическом анализе. Функционально-аналитические группы. Основные типы соединений, образуемых с участием органических реагентов. Важнейшие органические аналитические реагенты, области их применения.
16. Гравиметрические методы. Сущность, значение, достоинства и ограничения прямых и косвенных гравиметрических методов. Требования, предъявляемые к осадкам. Важнейшие неорганические и органические осадители.
17. Титриметрические методы. Теоретические основы. Сущность и классификация. Виды титрования (прямое, обратное, косвенное). Кривые титрования. Точка эквивалентности, конечная точка титрования и методы ее индикации.
18. 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.
19. 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.
20. Комплексонометрическое титрование. Сущность, аналитические особенности. Использование аминополикарбоновых кислот в комплексонометрии. Этилендиаминтетрауксусная кислота и ее натриевая соль (ЭДТА). Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Примеры практического использования комплексонометрического титрования.
21. 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.
22. Биохимические методы. Сущность методов. Ферментативные индикаторные реакции. Факторы, влияющие на скорость ферментативных реакций. Биосенсоры и ферментные электроды. Области применения, возможности и ограничения.
23. Электрохимические методы. Теоретические основы. Основные процессы, протекающие на электродах в электрохимической ячейке. Поляризационная кривая. Классификация электрохимических методов.
24. Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их характеристики. Использование прямых и косвенных потенциметрических методов в анализе и исследовании. Ионметрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Потенциметрическое титрование.
25. Кулонометрия. Прямая потенциостатическая и гальваностатическая кулонометрия – безэталонный, высокочувствительный метод анализа. Кулонометрическое титрование, его возможности и преимущества перед другими титриметрическими методами.
26. Вольтамперометрия. Характеристики вольтамперограмм, используемые для изучения и определения органических и неорганических соединений. Прямые и косвенные вольтамперометрические методы.
27. Кондуктометрия. Эквивалентная и удельная электропроводность. Подвижность ионов. Низкочастотная кондуктометрия: прямой метод и кондуктометрическое титрование.
28. Взаимодействие вещества с электромагнитным излучением, потоками частиц, магнитным полем – основа физических методов анализа.

29. Методы атомной оптической спектроскопии. Теоретические основы. Атомные спектры эмиссии, поглощения и флуоресценции. Резонансное поглощение. Самопоглощение, ионизация. Аналитические линии. Аналитический сигнал. Зависимость аналитического сигнала от концентрации.
30. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Идентификация элементов по эмиссионным спектрам. Определение отдельных элементов. Способы определения содержания. Анализ твердых веществ и материалов, технологических растворов, других объектов.
31. Атомно-абсорбционная спектрометрия. Сущность метода. Источники излучения (лампы с полым катодом, безэлектродные разрядные лампы, лазеры). Пламенная атомизация. Электротермическая атомизация. Чувствительность и избирательность. Примеры использования.
32. Методы рентгеноспектрального анализа (РСА). Основные свойства и характеристики рентгеновского излучения. Обозначения в рентгеновских спектрах. Закон Мозли. Факторы, определяющие интенсивность флуоресценции. Качественный и количественный анализ. Практическое применение.
33. 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.
34. Спектрофотометрия. Электронные спектры и энергетические переходы в молекулах. Способы монохроматизации светового потока. Пути повышения избирательности определения. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Практическое применение.
35. Люминесцентные методы. Виды люминесценции. Флуоресценция и фосфоресценция. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Тушение люминесценции. Качественный и количественный анализ.
36. ИК-спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественная интерпретация спектров и количественный анализ: идентификация веществ, структурно-групповой и молекулярный анализ, определение строения индивидуальных соединений.
37. 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.
38. ЯМР-спектроскопия: магнитный момент ядра и его взаимодействие с магнитным полем; реализация магнитного резонанса; химический сдвиг и спин-спиновое взаимодействие; применение для идентификации соединений.
39. ЭПР-спектроскопия: положение резонансного сигнала и g-фактора; электрон-ядерное, электрон-электронное взаимодействие и сверхтонкая структура спектра ЭПР; применение.
40. Хроматографические методы. Теория хроматографии. 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 элюирования веществ. Детекторы. Классификация хроматографических методов.
41. Газовая хроматография. Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография. Сущность метода. Изотермы адсорбции. Требования к газам-носителям и адсорбентам. Влияние температуры на удерживание и разделение. Детекторы. Примеры применения.

42. Газо-жидкостная хроматография. Принцип метода. Объекты исследования. Требования к носителям и неподвижным жидким фазам. Влияние природы жидкой фазы и разделяемых веществ на эффективность разделения.
43. Сверхкритическая флюидная хроматография. Сущность, особенности и отличия от газовой и жидкостной хроматографии, применение.
44. 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.
45. Ионообменная хроматография. Неорганические и органические ионообменники и их свойства. Примеры применения для концентрирования и разделения неорганических и органических ионов.
46. Аффинная хроматография. Специфика аффинной хроматографии, применяемые адсорбенты. Условия проведения процесса разделения. Области применения.
47. Эксклюзионная хроматография. Особенности механизма удерживания молекул. Характеристики сорбентов и подвижных фаз. Возможности и примеры применения. Применение в органическом и неорганическом анализе.
48. Планарная хроматография. Тонкослойная хроматография. Сущность метода и области применения.
49. Методы разделения и концентрирования. Процессы и реакции, лежащие в основе методов. Классификация методов по природе процессов, числу и природе фаз, природе матрицы и концентрата. Сочетание разделения и концентрирования с методами определения. Принципы выбора метода.
50. Сорбционные методы. Классификация по механизму взаимодействия вещества с сорбентом, способу осуществления процесса, геометрическим признакам неподвижной фазы. Количественное описание сорбционных процессов. Сорбенты.
51. Экстракция. Сущность метода. Основные количественные характеристики: константа распределения, коэффициент 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.
52. Осаждение и соосаждение. Использование неорганических и органических осадителей и соосадителей для разделения и концентрирования элементов. Виды соосаждения. Органические соосадители.
53. Электрохимические методы. Классификация. Электровыделение (электроосаждение и электрорастворение), цементация, электрофорез.
54. Испарение, сублимация и родственные методы. Количественные характеристики. Классификация методов. Испарение, сублимация или отгонка, отгонка после химических превращений.
55. Другие методы разделения и концентрирования: управляемая кристаллизация (направленная кристаллизация и зонная плавка), пробирная плавка, флотация, мембранные методы.
56. Маскирование и демаскирование.

2. Учебно-методическое и информационное обеспечение

2.1 Литература

1. Основы аналитической химии: В 2 кн. /под ред. Ю.А.Золотова. Кн.1: Общие вопросы. Методы разделения [Учебники]. – 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Высш. шк., 2000. – 352 с.
2. Основы аналитической химии: В 2 кн. /под ред. Ю.А.Золотова. Кн.2: Методы химического анализа [Учебники]. – 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Высш. шк., 2000. – 494 с.
3. Аналитическая химия: учебник для вузов/ Н.И. Мовчан, Р.Г. Романова, Т.С. Горбунова, И.И. Евгеньева, С.Ю. Гармонов, В.Ф. Сопин - М.: Инфра-М, 2021. – 393 с.
4. Отто, М. Современные методы аналитической химии: [учебник] / М. Отто ; пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. - 3-е изд. - Москва : Техносфера, 2008. - 543 с.
5. Снайдер, Ллойд Р. Введение в современную жидкостную хроматографию. - Москва : Техносфера, 2020. - [961] с.
6. Бёккер, Ю. Спектроскопия / Ю. Беккер ; пер. с нем. Л. Н. Казанцевой под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - Москва : Техносфера, 2009. - 527 с.
7. Пупышев, А.А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ / А. А. Пупышев. - Москва : Техносфера, 2009. - 782 с.
8. Основы современного электрохимического анализа / Г. К. Будников, В. Н. Майстренко, М. Р. Вяселов. - М. : Мир : БИНОМ. Лаб. знаний, 2003. – 529 с.

2.2 Программное обеспечение и Интернет-ресурсы:

1. <http://elibrary.ru> - Научная электронная библиотека, система РИНЦ.
2. <http://ellib.gpntb.ru/> - Электронная библиотека ГПНТБ России.
3. <http://cyberleninka.ru/about> - Научная библиотека открытого доступа «КиберЛенинка».
4. <http://w\\w.scintific.narod.ru/index.htm> - Каталог научных ресурсов. В данном разделе собраны ссылки на специализированные научные поисковые системы, электронные архивы, средства поиска статей и ссылок.
5. GoogleScholar - Поисковая система по научной литературе. Включает статьи крупных научных издательств, архивы препринтов, публикации на сайтах университетов, научных обществ и других научных организаций.
6. <http://neicon.ru> - Национальный электронно-информационный консорциум НЭИКОН.
7. <http://uisrussia.msu.ru> - Университетская информационная система РОССИЯ (УИС РОССИЯ) создана и поддерживается как база электронных ресурсов для исследований и образования в области гуманитарных наук и с 2000 года открыта для коллективного доступа университетов, вузов, научных институтов РФ и специалистов.
8. <http://ruslan.kstu.ru> - Электронный каталог УНИЦ КНИТУ.
9. <http://www.rsl.ru> - Российская государственная библиотека.
10. <http://e.lanbook.com> - ЭБС «Лань».

3. Критерии оценки

Оценка знаний проводится в форме устного/письменного ответа на вопросы экзаменационной комиссии. Уровень знаний поступающего оценивается экзаменационной комиссией по стобалльной системе.

Минимальное количество баллов, подтверждающее успешное прохождение вступительного испытания – «60».

Билет вступительного испытания включает два вопроса. Каждый из вопросов билета оценивается баллами от 0 до 50 в соответствии с таблицей.

Критерии	Баллы
Ответ полный, логичный, конкретный, продемонстрированы полные знания	50-41
Ответ полный, с незначительными замечаниями и ошибками	40-31
Ответ неполный, существенные замечания, наличие ошибок и некоторых пробелов в знаниях	30-21
Неполный ответ, наличие ошибок и пробелов в знаниях	20-11
Ответ на поставленный вопрос не дан или несодержателен	10-0