

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«КУБАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Факультет химии и высоких технологий
Кафедра аналитической химии



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе,
качеству образования – первый
проректор, проф.

А.Г.Иванов

« » » 2017 г.

Рабочая учебная программа дисциплины

**Б1.В.ОД.1 АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
(кандидатский экзамен)**

Направление подготовки 04.06.01 Химические науки

Профиль подготовки 02.00.02 Аналитическая химия

Квалификация аспиранта Преподаватель. Исследователь-преподаватель.

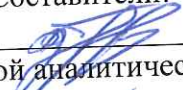
Кандидат химических наук

Форма обучения очная

г. Краснодар
2017

Рабочая программа разработана в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки» и на основании учебного плана основной образовательной программы по направлению «Химические науки», профиль «Аналитическая химия».

Составители:

 Темердашев Зауаль Ахлоевич, доктор химических наук, зав. кафедрой аналитической химии

 Починок Татьяна Борисовна, кандидат химических наук, доцент кафедры аналитической химии

Рабочая программа рассмотрена и утверждена на заседании кафедры аналитической химии 07.06.2017 г. протокол № 9.

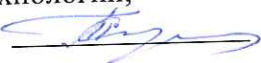
Заведующий кафедрой
аналитической химии,
д.х.н., профессор



З.А. Темердашев

Рабочая программа одобрена на заседании учебно-методической комиссии факультета химии и высоких технологий 27.06.2017 протокол № 5.

Председатель УМК
факультета химии и высоких технологий,
к.х.н., доцент



Т.П.Стороженко

1. Цели и задачи освоения дисциплины

Целью учебной дисциплины «Аналитическая химия» является изучение студентами современных тенденций и перспектив развития современной аналитической химии, новых подходов к построению и оптимизации аналитических схем, а также формирование у аспирантов знаний и умений, позволяющих разрабатывать методологические основы установления состава и свойств различных объектов с учетом их прогнозирования и улучшения.

Основными задачами курса являются:

- ознакомление аспирантов с современными инструментальными методами идентификации и количественной оценки компонентного состава объектов; актуальными проблемами и перспективами развития аналитической химии как науки;
- установление областей практического применения отдельных методов исследования и анализа.

2. Место дисциплины в структуре ООП ВПО

Дисциплина «Аналитическая химия» является обязательной дисциплиной вариативной части общенаучного цикла учебного плана основной образовательной программы по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки, профиль Аналитическая химия.

3. Требования к результатам освоения содержания дисциплины

В результате изучения данной дисциплины аспиранты должны:

знать: базовую терминологию, относящуюся к современным аналитическим методам; состояние вопроса в исследуемой области, нерешенные актуальные задачи и перспективные способы их решения.

уметь: учитывать актуальные проблемы и тенденции развития перспективных научных направлений развития современной аналитической химии; выполнять планирование эксперимента в целях оптимизации методики анализа, осуществлять выбор целевой функции и наиболее значимых для нее факторов.

владеть: навыками разработки аналитической схемы с учетом практической задачи анализа; основными методами, способами и средствами получения, хранения, переработки информации.

В результате изучения курса у магистрантов должна быть выстроена система знаний о современных физических и физико-химических методах анализа, сформировано умение применять инструментальные методы и средства для решения аналитических задач.

В ходе изучения дисциплины «Аналитическая химия» аспирант приобретает следующие профессиональные компетенции:

- знание и умение использовать на практике основные принципы, теории и концепции современной аналитической химии, способность к системному мышлению (ПК-1);
- способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий (ОПК-1).

4. Содержание и структура дисциплины

4.1. Содержание разделов дисциплины

| № раздела | Наименование раздела | Содержание раздела | Форма текущего контроля | Разработано с участием представителей работодателей |
|-----------|-------------------------------------|--|-------------------------|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | |
| 1 | Аналитический цикл и стадии анализа | Организация аналитического контроля, кадровое обеспечение. Выбор метода и схемы анализа, подготовка пробы, получение аналитической формы. Вещественный анализ. Измерение аналитического сигнала, обработка результатов измерений, оптимизация схемы анализа, доказательство правильности результатов анализа. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа. Хемометрика. | Собеседование | ЦПАТИ по ЮФО |
| 2 | Спектральные методы анализа | Классификация спектральных методов анализа. Атомная и молекулярная спектроскопия. Эмиссионные и абсорбционные методы анализа. Энергия излучения. Атомно-абсорбционная спектрометрия. Метод холодного пара и гидридный методы. Рентгеновские методы анализа. Оже-спектроскопия. Колебательная спектроскопия, КР-спектроскопия. Теоретические основы, аналитические характеристики и применение. Фурье-преобразование спектров. Люминесцентные методы анализа, их классификация, | Собеседование | |

| | | | | |
|---|--------------------------------------|--|---------------|--|
| | | теоретические основы, особенности и применение. Эффект Шпольского. | | |
| 3 | Методы масс-спектрометрии | Методы масс-спектрометрии в аналитической химии. Масс-спектрометрия неорганических веществ. Способы ионизации и способы разделения осколочных ионов (магнитно-секторный, квадрупольный, времяпролетный, ионная ловушка). Изотопный анализ. Масс-спектрометрия органических веществ: ионизация электронным ударом, химическая ионизация, полевая десорбция, ионизация при атмосферном давлении и др. Масс-спектрометры с двойной фокусировкой. Тандемная масс-спектрометрия. Масс-спектрометрия ион-циклотронного резонанса с Фурье-преобразованием. Закономерности фрагментации органических молекул. Обнаружение пика молекулярного иона. Основы групповой идентификации. Спектры ионных серий гомологических рядов. Обобщенные характеристики масс-спектров. Интерпретация масс-спектров, структурный анализ, элементный анализ органических веществ. Газовая хромато-масс-спектрометрия. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия, ионизация термо- и электрораспылением. Количественный анализ в методе масс-спектрометрии. | Собеседование | |
| 3 | Методы масс-спектрометрии | ионов (магнитно-секторный, квадрупольный, времяпролетный, ионная ловушка). Изотопный анализ. Масс-спектрометрия органических веществ: ионизация электронным ударом, химическая ионизация, полевая десорбция, ионизация при атмосферном давлении и др. Масс-спектрометры с двойной фокусировкой. Тандемная масс-спектрометрия. Масс-спектрометрия ион-циклотронного резонанса с Фурье-преобразованием. Закономерности фрагментации органических молекул. Обнаружение пика молекулярного иона. Основы групповой идентификации. Спектры ионных серий гомологических рядов. Обобщенные характеристики масс-спектров. Интерпретация масс-спектров, структурный анализ, элементный анализ органических веществ. Газовая хромато-масс-спектрометрия. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия, ионизация термо- и электрораспылением. Количественный анализ в методе масс-спектрометрии. | | |
| 4 | Методы определения суперэкоксидантов | Кинетические методы анализа. Иммуно-химический и ферментативный методы анализа. Методы хромато-масс-спектрометрии. Биологические методы анализа. Технология скрининга. | Собеседование | |
| 5 | Радиологический анализ | Активационный анализ. Разрешение, точность, аппаратное оформление. Радиохимическое разделение. | Собеседование | |

| | | | | |
|---|--------------------------------------|--|---------------|--|
| | | Метод изотопного разбавления. Элементный нейтронно-активационный анализ. | | |
| 6 | Методы пробоотбора и пробоподготовки | Общие вопросы методов пробоотбора. Особенности пробоотбора воздуха. Пробоотбор почв, растительных материалов, сырья и пищевых продуктов. Общие вопросы методов разложения. Техника разложения (разложение нагреванием в газе, растворение в жидкостях, разложение сплавлением). Источники погрешностей при разложении веществ. Интенсификация разложения, автоматизация. Разложение веществ с участием химических реакций без изменения степени окисления элементов. Разложение с использованием комплексообразующих веществ и ионитов. Разложение минеральными кислотами. Сплавление. Расщепление ферментами. Пирогидролиз. Разложение методом Лоуренса Смита. Методы разложения окислением. Окисление кислородом и озоном. Кислотное окисление (азотной кислотой и оксидами азота, серной кислотой, смесью азотной и серной кислот, хлорноватой кислотой и хлоратами, хлорной кислотой). Особенности кислотного разложения пищевых продуктов. Окисление пероксидом водорода, пероксодисульфатом, пероксокислотами. Электролитическое окисление. Особенности автоклавной пробоподготовки пищевых продуктов. Методы разложения восстановлением. Восстановление водородом или аммиаком, углеродом, металлами. Другие методы разложения восстановлением. Физические методы разложения. Термическое разложение. | Собеседование | |
| 6 | Методы пробоотбора и пробоподготовки | | | |

| | | | | |
|---|--|--|--|--|
| | | Разложение органических соединений искровым разрядом. Плазменная деструкция. Фотолиз и радиолиз. Фотолиз, как экспресс-метод пробоподготовки жидких пищевых продуктов. | | |
| 7 | Актуальные проблемы и тенденции развития современной аналитической химии | Тенденции и перспективы развития химического анализа Тенденции развития химического анализа: увеличение доли инструментальных методов, математизация и компьютеризация анализа, усиление внимания к анализу органических веществ и объектов окружающей среды, переход к анализу смесей без разделения компонентов, развитие внелабораторных и гибридных методов (сенсоры, системы «электронный нос» и «электронный язык», дистанционные методы, тест – системы). Миниатюризация аналитических приборов. Снижение пределов обнаружения и увеличение точности известных методов анализа, создание новых методов. Развитие теоретических основ разных методов анализа, их сближение и объединение с учетом достижений метрологии, информатики и хемометрики. Постепенное создание единой теории аналитической химии и ее превращение в междисциплинарную науку. | | |

4.2. Структура дисциплины

| Вид работы | Трудоемкость, часов | |
|----------------------------------|---------------------|------------|
| | 3 курс | Всего |
| Общая трудоемкость | 108 | 108 |
| Аудиторная работа: | | |
| <i>Лекции (Л)</i> | 18 | 18 |
| <i>Практические занятия (ПЗ)</i> | 8 | 8 |
| <i>Лабораторные работы (ЛР)</i> | 18 | 18 |
| Самостоятельная работа: | 28 | 28 |
| Реферат (Р) | | |

| | | |
|--|----|----|
| Самостоятельное изучение разделов | 8 | 8 |
| Самоподготовка (проработка и повторение лекционного материала и материала учебников и учебных пособий, подготовка к лабораторным и практическим занятиям, коллоквиумам и т.д.) | 20 | 20 |
| Подготовка и сдача экзамена | 36 | 36 |
| Вид итогового контроля экзамен | | |

4.3. Разделы дисциплины, изучаемые в семестрах 4 курс, семестр 9

| № раздела | Наименование разделов | Количество часов | | | | |
|-----------|--|------------------|-------------------|----|----|------------------------|
| | | Всего | Аудиторная работа | | | Самостоятельная работа |
| | | | Л | ПЗ | ЛР | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | Аналитический цикл и стадии анализа | 8 | 2 | 2 | | 4 |
| 2 | Спектральные методы анализа | 18 | 6 | | 6 | 6 |
| 3 | Хроматография и хроматомасс-спектрометрия. | 16 | 4 | 2 | 6 | 4 |
| 4 | Электрохимические, кинетические, ферментативные методы анализа | 12 | 2 | | 6 | 4 |
| 5 | Методы определения суперэкоксикантов | 8 | | 2 | | 6 |
| 6. | Общие вопросы пробоотбора и пробоподготовки | 2 | 2 | | | |
| 7. | Актуальные проблемы и тенденции развития современной аналитической химии | 8 | 2 | 2 | | 4 |
| | Итоговый контроль канд. экзамен | 36 | | | | |
| | <i>Итого:</i> | 108 | 18 | 8 | 18 | 28 |

4.4. Лекционные занятия

| № | Тема | Час. |
|----|--|------|
| 1. | Построение схем анализа, оптимизация схемы анализа. Получение аналитической формы. Вещественный анализ. Измерение аналитического сигнала, обработка результатов измерений, доказательство правильности результатов анализа. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа, основы хемометрики. | 2 |

| | | |
|----|---|----|
| 2. | Классификация спектральных методов анализа. Атомная и молекулярная спектроскопия. Эмиссионные и абсорбционные методы анализа. Оптимизация условий анализа в атомно-абсорбционной спектрометрии. Метод холодного пара и гидридный методы. Рентгеновские методы анализа. Оже-спектроскопия. Колебательная спектроскопия, КР-спектроскопия. Теоретические основы, аналитические характеристики и применение. Фурье-преобразование спектров. Люминесцентные методы анализа, эффект Шпольского. | 6 |
| 3. | Хроматография. Масс-спектрометрия. Методы масс-спектрометрии в аналитической химии. Масс-спектрометрия неорганических веществ. Способы ионизации и способы разделения осколочных ионов. Изотопный анализ. Масс-спектрометрия органических веществ: ионизация электронным ударом, химическая ионизация, полевая десорбция, ионизация при атмосферном давлении и др. Tandemная масс-спектрометрия. Масс-спектрометрия ион-циклотронного резонанса с Фурье-преобразованием. Закономерности фрагментации органических молекул. Основы групповой идентификации. Спектры ионных серий гомологических рядов. Интерпретация масс-спектров, структурный анализ, элементный анализ органических веществ. Хромато-масс-спектрометрия. Газовая хромато-масс-спектрометрия. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия. Количественный анализ в методе масс-спектрометрии. Применение, проблемы и тенденции развития методов. | 4 |
| 4. | Электрохимические, кинетические, ферментативные методы анализа. Кинетические методы анализа. Иммуно-химический и ферментативный методы анализа. | 2 |
| 5. | Общие вопросы методов пробоотбора. Особенности пробоотбора воздуха. Пробоотбор почв, растительных материалов, сырья и пищевых продуктов. Общие вопросы методов разложения. Источники погрешностей при разложении веществ. Интенсификация разложения, автоматизация. Техника разложения: разложение нагреванием в газе, растворение в жидкостях, разложение сплавлением. Разложение веществ с участием химических реакций без изменения степени окисления элементов: разложение с использованием комплексообразующих веществ и ионитов; разложение минеральными кислотами. Расщепление ферментами. Пирогидролит. Разложение методом Лоуренса Смита. Методы разложения окислением: окисление кислородом и озоном; кислотное окисление. Особенности кислотного разложения пищевых продуктов. Окисление пероксосоединениями. Электролитическое окисление. Особенности автоклавной пробоподготовки пищевых продуктов. Методы разложения восстановлением: восстановление водородом или аммиаком, углеродом, металлами. Физические методы разложения: термическое разложение, разложение органических соединений искровым разрядом, плазменная деструкция, фотолиз и радиолиз. | 18 |

| | | |
|----|--|---|
| 6. | <p>Актуальные проблемы и тенденции развития современной аналитической химии. Увеличение доли инструментальных методов, математизация и компьютеризация анализа, усиление внимания к анализу органических веществ и объектов окружающей среды, переход к анализу смесей без разделения компонентов, развитие внелабораторных и гибридных методов (сенсоры, системы «электронный нос» и «электронный язык», дистанционные методы, тест – системы). Миниатюризация аналитических приборов. Снижение пределов обнаружения и увеличение точности известных методов анализа, создание новых методов.</p> <p>Развитие теоретических основ разных методов анализа, их сближение и объединение с учетом достижений метрологии, информатики и хемометрики.</p> | 2 |
|----|--|---|

4.5. Лабораторные занятия

| № | Тема | Час. |
|----|--|------|
| 1. | <p>Применение РФА к анализу реальных объектов.</p> <p>Обзорный, полуколичественный анализ почв методом РФА.</p> <p>РФА анализ сталей с использованием стандартных образцов.</p> <p>Применение метода внутреннего стандарта при анализе шлаков (РФА)</p> | 6 |
| 2. | <p>Интерпретация масс-спектров сложных органических молекул. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия в идентификации компонентов растительных материалов. Идентификация компонентов в реальных объектах (определение полициклических углеводородов в нефтепродуктах). Определение суперэкотоксикантов, предварительный скрининг</p> | 6 |
| 3. | <p>Кинетические методы исследования и анализа. Ферментативные методы.</p> <p>Изучение процессов комплексообразования, оптимизация условий измерения, определение состава комплексов, оценка эффективности схемы анализа, контроль качества выполнения анализа. Оценка качества коньяков, определение антиоксидантной активности.</p> | 6 |
| | ИТОГО: | 18 |

4.6. Практические занятия

| № | Тема | Час. |
|----|---|------|
| 1. | <p>Аналитический цикл и стадии анализа. Оптимизация схемы анализа. Общие вопросы пробоотбора и пробоподготовки.</p> | 2 |
| 2. | <p>Хроматография и хроматомасс-спектрометрия. Особенности применения, проблемы, перспективы.</p> | 2 |
| 3. | <p>Методы определения суперэкотоксикантов.</p> | 2 |
| 4. | <p>Актуальные проблемы и тенденции развития современной аналитической химии. Круглый стол.</p> | 2 |
| | ИТОГО: | 8 |

5. Образовательные технологии

| Семестр | Вид занятия (Л, ЛР, ПЗ) | Используемые интерактивные образовательные технологии | Количество часов |
|---------------|----------------------------|---|------------------|
| | <i>Л, ЛР, ПЗ</i> | Групповые дискуссии, обсуждение результатов исследований, конференции | 8 |
| <i>Итого:</i> | | | 8 |

6. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости

Собеседование, доклады по применению физико-химических и физических методов исследования к анализу различных объектов в научно-исследовательской работе по тематике научно-исследовательских работ аспирантов, кандидатский экзамен.

Программа кандидатского экзамена

1. Общие вопросы

1.1. Цели и особенности аналитической химии и аналитической службы. Основные этапы развития. Аналитические задачи: обнаружение, идентификация, определение веществ. Построение схем анализа, оптимизация схемы анализа. Получение аналитической формы. Вещественный анализ. Измерение аналитического сигнала, обработка результатов измерений, доказательство правильности результатов анализа. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа, основы хемометрики.

1.2. Химические, физические и биологические методы аналитической химии. Методы обнаружения, идентификации, разделения и концентрирования, определения; гибридные и комбинированные методы. Методы прямые и косвенные.

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

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

2. Методы анализа

2.1. Химические методы

2.1.1. Гравиметрические методы

Сущность, значение, достоинства и ограничения прямых и косвенных гравиметрических методов.

2.1.2. Титриметрические методы

Сущность и классификация. Виды титрования. Кривые титрования. Кислотно-основное титрование в водных и неводных средах. Окислительно-восстановительное титрование. Комплексометрическое титрование. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Практическое использование. Осадительное титрование.

2.1.3. Кинетические методы

Сущность методов. Дифференциальный и интегральный варианты. Каталитический и некаталитический варианты. Методы определения концентрации индикаторных веществ. Чувствительность, избирательность и точность, области применения.

2.1.4. Биохимические методы

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

2.1.5. Электрохимические методы

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

Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их характеристики.

Ионометрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Полевые транзисторы. Потенциометрическое титрование с неполяризованными и поляризованными электродами.

Кулонометрия. Прямая потенциостатическая и гальваностатическая кулонометрия.

Кулонометрическое титрование, его возможности и преимущества.

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.

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

2.2. Физические методы

Взаимодействие вещества с электромагнитным излучением, потоками частиц, магнитным полем.

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, в дуговом и искровом разрядах. Индуктивно связанная плазма. Регистрация спектра.

Идентификация и определение элементов по эмиссионным спектрам. Физические и химические помехи. Внутренний стандарт. Подавление мешающих влияний матрицы и сопутствующих элементов. Примеры использования.

Атомно-абсорбционная спектрометрия. Сущность метода. Источники излучения.

Пламенная атомизация. Характеристики пламен и их выбор. Электротермическая атомизация. Типы электротермических атомизаторов. Способы подготовки пробы.

Помехи: химические и физические. Коррекция помех. 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). Классификация эмиссионных методов РСА. Закон Мозли. Качественный и количественный анализ. Матричные эффекты.

Типы рентгеновских спектрометров. Сравнительная характеристика методов.

Практическое применение.

Абсорбционный рентгеноспектральный анализ. Принцип метода; применение.
Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия. Оже-электронная спектроскопия.
Основы методов. Практическое применение.

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. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Спектроскопия отражения. Достоинства и ограничения методов. Практическое применение.

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

ИК- и рамановская (комбинационного рассеяния) спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественный и количественный анализ. Особенности анализа проб в различном агрегатном состоянии.

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

2.2.4. Методы масс-спектрометрии

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

2.2.5. Ядерно-физические и радиохимические методы

Элементарные частицы. Основные виды радиоактивного распада и ядерных излучений.

Активационный анализ. Нейтронно-активационный анализ. Активация заряженными частицами. Гамма-активационный анализ. Метрологические характеристики. Практическое применение.

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

2.2.6. Методы локального анализа и анализа поверхности

Классификация; физические основы. Достоинства и области применения. Особенности пробоотбора и пробоподготовки. Примеры использования.

2.3. Биологические методы

Сущность методов, их преимущества и ограничения. Индикаторные организмы, их типы. Аналитический сигнал и способы его регистрации. Определение физиологически неактивных соединений (химико-биологические методы). Метрологические характеристики. Области применения.

2.4. Хроматографические методы

2.4.1. Теоретические основы

Основные понятия. Теория равновесной хроматографии. Уравнение Ван-Деемтера. Общие подходы к оптимизации процесса хроматографического разделения веществ. Способы осуществления хроматографического процесса. Особенности капиллярных колонок. Способы элюирования веществ. Детекторы. Классификация хроматографических методов.

2.4.2. Газовая хроматография

Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография. 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. 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. Применение для идентификации веществ, для анализа сложных смесей, объектов окружающей среды. Сверхкритическая флюидная хроматография. Сущность, особенности, 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 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 селективность разделения веществ. Примеры применения. 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. Эксклюзионная хроматография. Особенности механизма удерживания молекул. Характеристики сорбентов и подвижных фаз. Возможности и примеры применения. Гель-хроматография. Области применения. Аффинная хроматография. Специфика метода, применяемые адсорбенты. Условия проведения процесса разделения. Области применения. Тонкослойная хроматография. Сущность метода и области применения.

2.5. Другие 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. 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. Основные количественные характеристики. Классификация экстракционных процессов по типу используемого экстрагента, типу образующихся соединений, технике осуществления. Основные типы соединений, используемых в экстракции. Классы экстрагентов. Осаждение и соосаждение. Электрохимические методы. Классификация. Электровыделение, цементация, электрофорез, изотахофорез.

3. Метрология и хемометрика

3.1. Метрологические основы химического анализа

Аналитический сигнал. Результат анализа как случайная величина. Погрешности, способы их классификации, основные источники погрешностей. Систематические погрешности в химическом анализе. Правильность и способы

проверки правильности. Законы сложения погрешностей. Релятивизация, контрольный опыт. Рандомизация.

Случайные погрешности в химическом анализе. Генеральная и выборочная совокупности результатов химического анализа. Закон нормального распределения результатов анализа, его проверка. Распределение Пуассона. Статистика малых выборок. Воспроизводимость. Статистические критерии: математическое ожидание (генеральное среднее) и генеральная дисперсия случайной величины, выборочное среднее, дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность и доверительный интервал. Сравнение двух (критерий Фишера) и нескольких (критерии Бартлера, Кокрена) дисперсий. Сравнение двух (критерий Стьюдента) и нескольких (критерий Фишера) средних результатов химического анализа.

Чувствительность. Коэффициент чувствительности. Предел обнаружения, нижняя граница определяемых содержаний, их статистическая оценка. Погрешности отдельных стадий анализа и конечного результата. Применение дисперсионного анализа для оценки погрешностей отдельных стадий и операций химического анализа. Проверка значимости выборочного коэффициента корреляции. Использование корреляционного анализа для проверки независимости двух аналитических методик.

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

3.2. Компьютерные методы в аналитической химии

Пути использования ЭВМ в аналитической химии. Многомерные данные в химическом анализе. Первичная обработка данных. Коррелированные данные; понятие об анализе главных компонентов (факторном анализе). Многомерные регрессия и градуировка. Понятие о методах классификации и распознавания образов, кластерном анализе. Построение и использование нелинейных градуировочных зависимостей. Фурье-преобразование, его использование для фильтрации шумов и снижения пределов обнаружения. Расчеты химических равновесий.

4. Автоматизация анализа

Автоматизация лабораторного анализа и производственного контроля; периодического, дискретного анализа и непрерывного анализа в потоке. Автоматизированные приборы, системы и комплексы, автоматы-анализаторы для лабораторного и производственного анализа, роботы. Примеры современных высокоэффективных аналитических приборов-автоматов. Проточно-инжекционный анализ.

5. Анализ конкретных объектов

5.1. Аналитический цикл и стадии анализа

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

5.2. Пробоотбор и пробоподготовка

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

5.3. Основные объекты

Геологические объекты. Анализ силикатов, карбонатов, железных и

полиметаллических руд. Металлы, сплавы и продукты металлургической промышленности (анализ черных, цветных, редких, благородных металлов и их сплавов). Материалы атомной промышленности (определение тория, урана, плутония, трансплутониевых элементов и осколков деления. Неорганические соединения. Анализ минеральных удобрений, неорганических веществ высокой чистоты. Органические вещества (природные и синтетические, элементоорганические, полимеры, продукты нефтепереработки, белки, жиры, углеводы; пестициды). Элементный анализ органических веществ.

Химические и физические методы функционального анализа. Молекулярный анализ органических объектов. Анализ высокомолекулярных веществ, органических материалов.

Биологические и медицинские объекты. Санитарно-гигиенический контроль.

Клинический анализ. Пищевые продукты. Определение основных компонентов и примесей.

Объекты окружающей среды. Основные источники загрязнений и основные загрязнители; методы их определения. Определение суммарных показателей (ХПК, БПК и др.). Тест-методы.

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

6. Актуальные проблемы и тенденции развития современной аналитической химии. Увеличение доли инструментальных методов, математизация и компьютеризация анализа, усиление внимания к анализу органических веществ и объектов окружающей среды, переход к анализу смесей без разделения компонентов, развитие внелабораторных и гибридных методов (сенсоры, системы «электронный нос» и «электронный язык», дистанционные методы, тест – системы). Миниатюризация аналитических приборов. Снижение пределов обнаружения и увеличение точности известных методов анализа, создание новых методов.

Развитие теоретических основ разных методов анализа, их сближение и объединение с учетом достижений метрологии, информатики и хемометрики.

Пример экзаменационного билета

**ФГБОУ ВО «Кубанский госуниверситет»
Кафедра аналитической химии
Направление подготовки - Химические науки.
Профиль Аналитическая химия**

Кандидатский экзамен

БИЛЕТ № 1

- 1 Колебательная спектроскопия, теория и практика метода. Фурье-преобразование спектра. Рассеяние Излучения, метод КР.
- 2 Аналитические возможности метода хромато-масс-спектрометрии.

Зав. кафедрой
д-р хим. наук, профессор

З.А. Темердашев

7. Учебно-методическое обеспечение дисциплины

7.1. Основная литература

7.1.1. Печатные издания основной литературы:

1. Основы аналитической химии (в 2-х книгах) (под редакцией Ю.А. Золотова). М.: Академия, 2014.
2. Основы аналитической химии. Практическое руководство (под редакцией Ю.А. Золотова). М.: Высшая школа, 2004.
3. Отто М. Современные методы аналитической химии. М. Мир. 2008. 544 с.
4. Кристиан Г.Д. Аналитическая химия. М. Бином. 2009. т.1. 623 с.
5. Кристиан Г.Д. Аналитическая химия. М. Бином. 2009. т.2. 504 с.
6. Золотов Ю.А., Вершинин В.И. История и методология аналитической химии. Москва ИЦ «Академия». 2008.

7.1.2. Электронные издания основной литературы:

1. Ярышев Н. Г., Медведев Ю. Н., Токарев М. И., Бурихина А. В., Камкин Н. Н. Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе / Изд-во «Прометей». 2015
2. Трифонова А. Н., Мельситова И. В. Аналитическая химия/ Издательство: Высшая школа. 2013
3. Другов Ю. С., Родин А. А. Мониторинг органических загрязнений природной среды. 500 методик: практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013
4. Другов Ю. С., Родин А. А. Пробоподготовка в экологическом анализе: практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013
5. Сальникова Е., Кудрявцева Е., Лебедев С., Скальная М. Токсикологическая химия: учебное пособие / ОГУ, 2012

7.2. Дополнительная литература

7.2.1 Печатные издания дополнительной литературы:

1. Будников Г.К. Модифицированные электроды для вольтамперометрии в химии, биологии и медицине / Г.К. Будников, Г.А. Евтюгин, В.Н. Майстренко. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. – 2009. – 416 с.
2. Майстренко В.Н. Эколого-аналитический мониторинг стойких органических загрязнителей/ В.Н. Майстренко, Н.А. Ключев/ М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. 2009. 323с.
3. Кристиан Г. Аналитическая химия: в 2т. Т. 2 / Г. Кристиан; пер. с англ. А.В. Гармаша и др. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. – 2009. – 504с.
4. Электроаналитические методы. Теория и практика / А.М. Бонд и др.; под ред. Ф. Шольц; пер. с англ. под ред. В.Н. Майстренко. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. –

2010. – 326 с.

5. Аналитическая химия: учебник для студентов вузов в 3-х томах. / под ред. Л.Н. Москвина. – М.: Академия. – 2008. – 575с.

5. Дерффель К. Статистика в аналитической химии / К. Дерффель; пер. с нем. Л.Н. Петровой под ред. Ю.П. Адлера. – М.: Мир. – 1999. – 267с.

6. Объекты окружающей среды и их аналитический контроль в 2-х томах / под ред. Т.Н. Шеховцовой. – Краснодар: Арт-Офис. – 2007.

7. Эггинс Б. Химические и биологические сенсоры: учеб. Пособие / Б. Эггинс; пер. с англ. М.А. Слинкина с доп. Т.М, Зиминой, В.В. Лучинина. – М.: Техносфера. – 2005. – 335 с.

8. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. в 2-х томах. Т. 2 / ред. Р. Кельнер и др.; пер. с англ. А.Г. Борзенко и др.; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Мир АСТ. – 2004. – 728с.

9. Основы аналитической химии. В 2-х томах/Д. Скуг, Д. Уэст; Пер.с англ. Е.Н.Дороховой, Г.В.Прохоровой под ред.Ю.А.Золотова. - М.: Мир, 1979.

7.2.2 Электронные издания дополнительной литературы:

1. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений - Москва, Ленинград: Издательство "Химия", 1965

2. Другов Ю. С., Муравьев А. Г., Родин А. А. Экспресс-анализ экологических проб. Практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013

3. Другов Ю. С., Родин А. А. Анализ загрязненной воды: практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015

4. Другов Ю. С., Родин А. А. Анализ загрязненной почвы и опасных отходов. Практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013

5. Другов Ю. С., Родин А. А. Газохроматографический анализ загрязненного воздуха: практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015

6. Другов Ю. С., Родин А. А. Контроль безопасности и качества продуктов питания и товаров детского ассортимента. Практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015

7. Другов Ю. С., Родин А. А. Экологические анализы при разливах нефти и нефтепродуктов: практическое руководство - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015

8. Лебедев А. Т. Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды - М.: Техносфера, 2013

9. Лебедев А. Т., Артеменко К. А., Самгина Т. Ю. Основы масс-спектрометрии белков и пептидов: учебное пособие - М.: Техносфера, 2012

10. Околелова А. А., Желтобрюхов В. Ф. Нефтепродукты в почвах и методы их

анализа/Издательство: Волгоградский государственный технический университет. 2014

11. Околелова А. А., Егорова Г. С. Экологический мониторинг: учебное пособие для студентов высших учебных заведений/ Издательство: ВолгГТУ. 2014

12. Аксенов В. И., Ушакова Л. И., Ничкова И. И. Химия воды : Аналитическое обеспечение лабораторного практикума: учебное пособие / Издательство Уральского университета, 2014

13. Галактионова Л., Достова Т. Химия почв: практикум: учебное пособие/ Издатель: ОГУ, 2013

14. Микилева Г.Н., Мельченко Г.Г., Юнникова Н.В. Аналитическая химия. Электрохимические методы анализа

15. Гуськова В.П., Сизова Л.С., Юнникова Н.В., Мельченко Г.Г. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа

16. Сизова Л.С. Аналитическая химия. Оптические методы анализа.

17. Терещенко А. Г., Пикула Н. П., Толстихина Т. В. Внутривлабораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012

7.3. Периодические издания

Журнал аналитической химии

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

Аналитика и контроль

7.4. Интернет-ресурсы

1. Портал «Аналитическая химия в России» <http://www.wssanalytchem.org>

2. Портал химиков-аналитиков: аналитическая химия и метрология www.anchem.ru

Российское хемометрическое общество <http://res.chph.ras.ru>

3. www.scopus.com,

4. www.scirus.com

5. Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии, www.gost.ru; база нормативных документов;

6. ВНИИКИ, сайт: www.standards.ru; база АИСД «Государственный реестр типов средств измерений, допущенных к обращению в РФ»;

7. www.1gost.ru; база методик выполнения измерений

7.5. Методические указания и материалы по видам занятий

Методические рекомендации студентам по организации изучения дисциплины

«Аналитическая химия»

Успешное освоение дисциплины предполагает активное, творческое участие студента путем планомерной, повседневной работы.

Общие рекомендации

Изучение дисциплины следует начинать с проработки рабочей программы, особое внимание, уделяя целям и задачам, структуре и содержанию курса.

Работа с конспектом лекций

Просмотрите конспект сразу после занятий, отметьте материал конспекта лекций, который вызывает затруднения для понимания. Попытайтесь найти ответы на затруднительные вопросы, используя рекомендуемую литературу. Если самостоятельно не удалось разобраться в материале, сформулируйте вопросы и обратитесь за помощью к преподавателю на консультации или ближайшей лекции.

Регулярно отводите время для повторения пройденного материала, проверяя свои знания, умения и навыки по контрольным вопросам.

Выполнение лабораторных работ

На занятии получите у преподавателя график выполнения лабораторных работ. Обзаведитесь всем необходимым методическим обеспечением.

Перед посещением лаборатории изучите теорию вопроса, предполагаемого к исследованию, ознакомьтесь с руководством по соответствующей работе и подготовьте протокол проведения работы, в который занесите:

- название работы;
- заготовки таблиц для заполнения экспериментальными данными наблюдений;
- уравнения химических реакций превращений, которые будут осуществлены при выполнении эксперимента;
- расчетные формулы.

Оформление отчетов должно проводиться после окончания работы в лаборатории.

Для подготовки к защите отчета следует проанализировать экспериментальные результаты, сопоставить их с известными теоретическими положениями или справочными данными, обобщить результаты исследований в виде выводов по работе, подготовить ответы на вопросы, приводимые в методических указаниях к выполнению лабораторных работ.

7.5. Программное обеспечение современных информационно-коммуникационных технологий

Лицензионные компьютерные программы обработки данных программно-аппаратных комплексов приборов: спектрофотометр АА-6800, Фурье-спектрометр инфракрасный IR Prestige -21, "Shimadzu", Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», спектрометр с индуктивно-связанной плазмой ICAP-6500Radial, «Termo», газовый хроматограф GC 2010 "Shimadzu", жидкостный хроматограф LC 2010 "Shimadzu",

газовый хромато-масс-спектрометр GCMS-QP 2010 Plus “Shimadzu” и др.; Microsoft Office Excel, STATISTICA, электронные библиотеки «Wiley8 mass spectral library» и «NIST-05», интегрированные в программно-аппаратный комплекс прибора GCMS-QP 2010 Plus.

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Для реализации программы научно-исследовательской работы аспирантов по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки», профиль «Аналитическая химия» кафедра аналитической химии располагает материально-технической базой, обеспечивающей выполнение всех видов научно-исследовательской работы. Имеется возможность использования оборудования лабораторий научно-образовательного эколого-аналитического центра: лаборатории ИСР-спектроскопии; хроматографии; рентгеновской спектроскопии; рентгенографического и термического анализа; атомно-абсорбционной спектроскопии; лаборатории исследований перспективных материалов; микроволновой пробоподготовки; ионной хроматографии и капиллярного электрофореза; лаборатория анализа пищевых продуктов.