

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и
аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук
(ГЕОХИ РАН)

ПРИНЯТО

Ученым советом ГЕОХИ РАН

Протокол № 8 от 22 октября 2014 г.



УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ГЕОХИ РАН

д.х.н. Колотов В.П.

22 октября 2014 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
«Актуальные проблемы аналитической химии»

Направления подготовки: 04.06.01 - Химические науки

(указывается код и наименование направления подготовки)

Направленности (профили) подготовки: 02.00.02 «Аналитическая химия»

(наименование направленности подготовки)

Квалификация: Исследователь. Преподаватель-исследователь

Форма обучения: Очная

Вид итогового контроля: Зачет

(Зачет/Дифференцированный зачет/Экзамен)

Москва 2016

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта высшего образования по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки (уровень кадров высшей квалификации). Приказ Минобрнауки РФ №869 от 30 июля 2014г. (зарегистрирован в Минюсте России 20 августа 2014г., регистрационный № 33718).

1. Цели и задачи освоения дисциплины

Цель курса: дать аспирантам, обучающимся по профилю (направленности) «Аналитическая химия» углубленное представление о современных методах исследования элементного, изотопного и вещественного анализа и их применения для анализа различных веществ и материалов.

Задачи дисциплины связаны с ознакомлением аспирантов со следующими вопросами: история и методология аналитической химии, состояние, перспективы и области применения современных методов аналитической химии, таких как спектроскопические, масс-спектрометрические, хроматографические, электрохимические, микроскопические, биохимические и другие, применение методов аналитической химии для анализа материалов различного происхождения (неорганические, геологические материалы, объекты окружающей среды, биомедицинские материалы и др.), метрологическое обеспечение химического анализа.

2. Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Актуальные проблемы аналитической химии» входит в вариативную часть ООП и относится к числу обязательных дисциплин для обучения аспирантов, обучающихся по профилю 02.00.02 и направлена на подготовку к сдаче кандидатского экзамена по специальности.

Требования к предварительной подготовке обучающегося:

Знать: основные методы научно-исследовательской деятельности.

Уметь: выделять и систематизировать основные идеи в научных текстах; критически оценивать любую поступающую информацию, вне зависимости от источника; избегать автоматического применения стандартных формул и приемов при решении задач

Владеть: навыками сбора, обработки, анализа и систематизации информации по теме исследования; навыками выбора методов и средств решения задач исследования. Для освоения дисциплины «Аналитическая химия» требуются знания и умения, приобретенные обучающимися в результате освоения ряда дисциплин (разделов дисциплин), таких как: Общая неорганическая химия. Физическая химия.

3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины

Код компетенции	Содержание компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине
УК-1	способность к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях	Знать: методы критического анализа и оценки современных научных достижений, а также методы генерирования новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях. Уметь: анализировать альтернативные варианты решения исследовательских и практических задач. Владеть: навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях.
УК-5	способность планировать и решать задачи собственного профессионального и личностного развития.	Знать: содержание процесса целеполагания профессионального и личностного развития, его особенности и способы реализации при решении профессиональных задач, исходя из этапов карьерного роста и требований рынка труда. Уметь: осуществлять личностный выбор в различных профессиональных и морально-ценностных ситуациях, оценивать последствия принятого решения и нести за него ответственность перед собой и обществом. Владеть: приёмами и технологиями целеполагания, целереализации и оценки результатов деятельности по решению профессиональных задач.
ОПК-1	способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий	Знать: современные способы использования информационно-коммуникационных технологий в выбранной сфере деятельности Уметь: выбирать и применять в профессиональной деятельности экспериментальные и расчетно-теоретические методы исследования.
ОПК-2	готовность организовать работу исследовательского коллектива в области химии и смежных наук	Знать: основные принципы организации работы в коллективе и способы разрешения конфликтных ситуаций/ Уметь: планировать научную работу,

		формировать состав рабочей группы и оптимизировать распределение обязанностей между членами исследовательского коллектива.
ПК-1	способность и готовность к самостоятельному проведению научно-исследовательской работы и получению научных результатов в области аналитической химии	Знать: современное состояние науки в области аналитической химии. Владеть: методами планирования, подготовки, проведения научно-исследовательской работы по направленности (02.00.02 Аналитическая химия).

4. Структура и содержание дисциплины

Приведенная ниже таблица отражает распределение учебного времени, отводимого на освоение основных разделов курса. Общая трудоемкость дисциплины составляет 6 зачетных единиц (216 часов).

№ п/п	Наименование дисциплины	Объем учебной работы (в часах)						Вид итогового контроля	
		Всего	Всего аудит.	Из аудиторных					Сам. Работа
				Лекц.	Сем.	Прак.	КСР		
1.	Аналитическая химия	216	92	36	36	20	-	88	Экзамен (36)

Содержание разделов дисциплины:

Содержание раздела (темы)	Количество часов (лекции+семинары)
<i>Лекции/семинары</i>	
1. История и методология аналитической химии	2+2
2. Состояние и перспективы развития хроматографии и капиллярного электрофореза 1. Основы современной газовой хроматографии и ее применение. 2. Теоретические основы современной ВЭЖХ и области ее использования. 3. Теория и практика современного капиллярного электрофореза	8+8
3. Состояние и перспективы развития масс- и хромато-масс-спектрометрии 1. Теоретические основы масс- спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. 2. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии – масс-спектрометрии. 3. Метод капиллярной газовой хроматографии - масс-спектрометрии. 4. Лазерно-десорбционная ионизация в масс-спектрометрии активированная матрицей или поверхностью образца ((МАЛДИ-МС, САЛДИ-МС)	8+8
4.Современные области применения молекулярной спектроскопии. 1. Микроскопия и микроспектроскопия 2. Тепловая спектроскопия. 3. Молекулярная спектроскопия, микроспектроскопия и микроскопия при решении биомедицинских задач. 4. Дистанционные методы спектроскопического анализа	6+6

5. Биохимические методы анализа: основы и области применения. 1. Ферментативные методы. 2. Иммунохимические методы	6+6
6. Электрохимические методы анализа. Современное состояние и перспективы. 1. Современные возможности электроанализа: от полярографии к визуализации единичной молекулы 2. Биосенсоры и аналитические системы на их основе	6+6
Практические занятия	
1 Ознакомление с оборудованием для определения химических элементов с использованием эмиссионного анализа индуктивно-связанной плазмой	6
2 Ознакомление с оборудованием для определения химических элементов с использованием масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.	6
3 Ознакомление с оборудованием для изотопного анализа	4
4 Ознакомление с оборудованием для высокоразрешающей масс-спектрометрии органических веществ	4

5. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы аспирантов

Самостоятельная работа подкрепляется учебно-методическим и информационным обеспечением, включающим учебники, учебно-методические пособия, конспекты лекций. Основные виды самостоятельной работы: в читальном зале библиотеки, в домашних условиях с доступом к ресурсам Интернет.

Основной контроль знаний осуществляется в процессе участия в практических занятиях (обсуждения, ответов на вопросы, выполнение расчетных заданий).

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

Литература (по разделам)

Раздел 1. Основная литература

1. Золотов Ю.А., Вершинин В.И. История и методология аналитической химии. Москва ИЦ «Академия». 2007.
2. Золотов Ю.А. Аналитическая химия: проблемы и достижения. Москва. Наука.1992.
3. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т.: учеб. для студ. учреждений высш. образования. Под. ред. А.А. Ищенко. 3-е изд., М.: Издательский центр "Академия", 2014.
4. Аналитическая химия. Под ред. Москвина Л.Н. Москва ИЦ «Академия». 2008.

Раздел 2.

1. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. М.: Наука, 2003. Т.1,2.
2. Айвазов Б.В. Введение в хроматографию. М.: Высшая школа, 1983.
3. Стыскин Е.Л. и др. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография. М.: Химия, 1986.
4. Яшин Я.И. Физико-химические основы хроматографического разделения. М.: Химия, 1979.
5. Современное состояние жидкостной хроматографии. / Под ред. Дж. Киркланда. М.: Мир, 1974.
6. Энгельгард Х. Жидкостная хроматография при высоких давлениях. М.: Мир, 1980.
7. Киселев А.В., Яшин Я.И. Адсорбционная газовая и жидкостная хроматография. М.: Химия, 1979.
8. Шпигун О.А., Золотов Ю.А. Ионная хроматография. М.: МГУ, 1990.
9. Шатц В.Д., Сахартова О.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Рига.: Зинатне, 1988.
10. Количественный анализ хроматографическими методами. / Под ред. Э.Кац. М.: Мир, 1990.
11. Руководство по газовой хроматографии. В 2-х ч. Пер. с нем. / Под ред. Э.Лейбница, Х.Г. Штруппе. М.: Мир, 1988.
12. Лабораторное руководство по хроматографическим и смежным методам /Под ред. О. Микеша. М.: Мир, 1982.
13. Красиков В.Д. Основы планарной хроматографии. С.-Пб.: Химиздат, 2005.

Дополнительная

1. Фритц Дж. Ионная хроматография. М.: Мир, 1984
2. Даванков В.А. и др. Лигандообменная хроматография. М.: Мир, 1989.
3. Схунмакерс П. Оптимизация селективности в хроматографии. М.:Мир, 1989.
4. Хроматографический анализ окружающей среды. / Под ред. В.Г. Березкина. М.: Химия, 1979.
5. Руководство по капиллярному электрофорезу. / Под ред. А.М. Волощука, Научный совет по хроматографии. М.: Наука, 1996.
6. Столяров Б.В. и др. Практическая жидкостная и газовая хроматография. С.-Пб.: С.-Петербургский университет, 1998.
7. Сверхкритическая флюидная хроматография. / Под ред. Р. Смита. М.: Мир, 1991.
8. Комарова Н. В., Каменцев Я. С. Практическое руководство по использованию систем капиллярного электрофореза «КАПЕЛЬ» С-Пб.: ООО
9. «Веда», 2006. Интернет-ресурсы

Раздел 3. Основная литература

1. ICP Mass Spectrometry. Handbook.(под ред. Nelms S.M.) Oxford. Blackwell.2005.
2. Пупышев А.А., Суриков В.Т. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой. Екатеринбург. Уро РАН. 2006.
3. А.Т. Лебедев. Масс-спектрометрия в органической химии. Москва. БИНОМ. Лаборатория знаний. 2003.
4. А.Т. Лебедев. Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды. Москва. Техносфера.2012.
5. Лебедев А.Т., Артеменко К.А., Самгина Т.Ю. Основы масс-спектрометрии белков и пептидов. Москва. Техносфера.2013.

Дополнительная литература

1. Сысоев А.А. Введение в масс-спектрометрию. К. Хайвера. Москва. Атомиздат. 1977.
2. В.Г. Заикин. Основы масс-спектрометрии органических соединений. Москва. МАИК. 2001.
3. Jurgen H.Gross. Mass Spectrometry A Textbook 2-nd Edition. Springer. 2011.
4. Robert E. Ardrey. Liquid Chromatography - Mass Spectrometry: An Introduction. Wiley.2003.
5. Зенкевич И.Г., Иоффе Б.В. Интерпретация масс-спектров органических соединений. Москва. Москва. 1986.

Раздел 4. Основная литература

1. Спектроскопические методы определения следов элементов. / Под ред. Дж. Вайнфорднера. М.: Мир, 1979.
2. Юинг Д. Инструментальные методы химического анализа. М.: Мир, 1989.
3. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т. /под ред. Р. Кельнера, Ж-М. Мерме, М. Отто, Н. Видмера. М.: Мир: ООО "Издательство АСТ". 2004.
4. Методы анализа поверхностей / Под ред. А. Зандерны. М.: Мир, 1979.
5. Анализ поверхности методами оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. / Под ред. Д. Бриггса, М.П. Сиха. М.: Мир, 1987.
6. Фелдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. М.: Мир, 1989.
7. Левшин Л.В., Салецкий А.М. Оптические методы исследования молекулярных систем. Ч. Молекулярная спектроскопия. М.: Изд-во МГУ. 1994.
8. Головина А.П., Левшин Л.В. Химический люминесцентный анализ неорганических веществ. М.: Химия. 1978.
9. Паркер С. Фотолюминесценция растворов. М.: Мир. 1972.
10. Барлтруп Дж., Кейл Дж. Возбужденные состояния в органической химии. М.: Мир. 1978.
11. Лазерная аналитическая спектроскопия/Под ред. В.С.Летохова. М.: Наука. 1986.

Раздел 5. Основная литература

1. Перес-Бендито Д., Сильва М. Кинетические методы в аналитической химии. М.: Мир. 1991.
2. Марк Г., Рехниц Г. Кинетика в аналитической химии. М.: Мир. 1972.
3. Диксон М., Уэбб Э. Ферменты. М.: Мир, т.т. 1 – 3. 1984.
4. Келети Т. Основы ферментативной кинетики. М.: Мир. 1990.
5. Введение в прикладную энзимологию. / Под ред. И.В. Березина, К. Мартиника. М.: Мир. 1976.
6. Варфоломеев С.Д., Гуревич К.Г. Биокинетика. М.: ФАИР-ПРЕСС. 1999.
7. Егоров А.М. и др. Теория и практика иммуноферментного анализа. М.: Высшая школа. 1991. Интернет-ресурсы

Раздел 6. Основная литература

1. Электроаналитические методы. Теория и практика /пер. с англ. Под ред. В.Н. Майстренко. М.:БИНОМ, Лаборатория знаний. 2006.
2. Будников Г.К., Майстренко В.Н., Вяселев М.Р. Основы современного электроанализа. М.: Химия, 2001.
3. З. Галюс. Теоретические основы электрохимического анализа. Москва, Мир. 1974.

4. J. Wang. Analytical Electrochemistry. New York Wiley. 2006.
5. A.J. Bard, L.R. Faulkner. Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications. London. Wiley. 2001.
6. C. Gabrielli. Identification of Electrochemical Processes by Frequency Response. Analysis. Solartron Analytical. 1998.

Периодическая литература

Журналы «Журнал аналитической химии», Analytical Chemistry, Analytical and Bioanalytical Chemistry, Analytica Chimica Acta, Talanta, Microchimica Acta и др.

Интернет-ресурсы

1. <http://www.nist.gov>
2. <http://www.chem.msu.su/rus/handbook/ivtan>
3. www.geokhi.ru

7. Образовательные технологии

Кроме очных лекций проводятся практические занятия на базе аналитических лабораторий ГЕОХИ, используется самостоятельная работа и выполнение расчетных заданий. При осуществлении образовательного процесса по дисциплине используются следующие информационно-телекоммуникационные технологии:

- Персональный компьютер (или ноутбук) с необходимым программным обеспечением для работы устройства, а также для демонстрации презентаций MS PowerPoint.

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

8.1. Лаборатории ГЕОХИ РАН имеют оснащены необходимыми приборами и оборудованием:

- приборы: ИСП-МС X Series2 (Thermo Scientific); ИСП-АЭС: iCAP6500 (Thermo Scientific), iCAP9000 (Thermo Jarell Ash); Рентгено-спектральный анализ Axiom Advanced PW 4400/04 (Philips); Рентгено-спектральный микроанализ SX-100 (Cameca), мультиколлекторный изотопный масс-спектрометр Triton и другие.
- лабораторное оборудование: центрифуги разного типа, микроволновые системы разложения проб, дистилляторы, весы технические, весы аналитические, лабораторная посуда, химические реактивы.

8.2. Лекционная аудитория, оборудованная проекционным оборудованием и доступом в сеть «Интернет».

9. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины

9.1. Форма контроля знаний:

9.1.1. Текущий контроль знаний в течение всего курса осуществляется с помощью контрольных вопросов.

9.1.2. Экзамен по дисциплине в конце курса обучения.

9.2. Планируемые результаты обучения, характеризующие этапы формирования компетенции, критерии, показатели и средства их оценивания.

9.2.1. Этапы формирования универсальной компетенции - УК-1:

Планируемые результаты обучения			Знать: методы критического анализа и оценки современных научных достижений, а также методы генерирования новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях (УК-1).
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие знаний
	2	неудовлетворительно	Фрагментарные представления о методах критического анализа и оценках современных научных достижений, а также о методах генерирования новых идей при решении исследовательских и практических задач
	3	удовлетворительно	Неполные представления о методах критического анализа и оценках современных научных достижений, а также о методах генерирования новых идей при решении исследовательских и практических задач
	4	хорошо	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы представлений о методах критического анализа и оценках современных научных достижений, а также о методах генерирования новых идей при решении исследовательских и практических задач
	5	отлично	Сформированные систематические представления о методах критического анализа и оценках современных научных достижений, а также о методах генерирования новых идей при решении исследовательских и практических задач

Планируемые результаты обучения			Уметь: анализировать альтернативные варианты решения исследовательских и практических задач (УК-1).
Критерии и показатели оценивания результатов	1	неудовлетворительно	Отсутствие умений
	2	неудовлетворительно	Частично освоенное умение анализировать альтернативные варианты решения исследовательских и практических задач

обучения	3	удовлетворительно	В целом успешно, но не систематически осуществляемые анализ альтернативных вариантов решения исследовательских и практических задач
	4	хорошо	В целом успешно, но содержащее отдельные пробелы анализа альтернативных вариантов решения исследовательских и практических задач
	5	отлично	Сформированное умение анализировать альтернативные варианты решения исследовательских и практических задач

Планируемые результаты обучения			Владеть: навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях (УК-1).
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие навыков
	2	неудовлетворительно	Фрагментарное применение навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач
	3	удовлетворительно	В целом успешное, но не систематическое применение навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач
	4	хорошо	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы применения навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач
	5	отлично	Успешное и систематическое применение навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач

9.2.2. Этапы формирования универсальной компетенции - УК-5

Планируемые результаты обучения			Знать: содержание процесса целеполагания профессионального и личностного развития, его особенности и способы реализации при решении профессиональных задач, исходя из этапов карьерного роста и требований рынка труда. (УК-5).
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие знаний
	2	неудовлетворительно	Допускает существенные ошибки при раскрытии содержания процесса целеполагания, его особенностей и способов реализации.
	3	удовлетворительно	Демонстрирует частичные знания содержания процесса целеполагания, некоторых особенностей профессионального развития и

			самореализации личности; указывает способы реализации, но не может обосновать их использования в конкретных ситуациях.
	4	хорошо	Демонстрирует знания сущности процесса целеполагания, отдельных особенностей процесса и способов его реализации, характеристик профессионального развития личности, но не выделяет критерии выбора способов целереализации при решении профессиональных задач..
	5	отлично	Раскрывает полное содержание процесса целеполагания, всех его особенностей, аргументировано обосновывает критерии выбора способов профессиональной и личностной целереализации при решении профессиональных задач..

Планируемые результаты обучения			Уметь: осуществлять личностный выбор в различных профессиональных и морально-ценностных ситуациях, оценивать последствия принятого решения и нести за него ответственность перед собой и обществом. (УК-5).
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Не готов и не умеет осуществлять личностный выбор в различных профессиональных и морально-ценностных ситуациях, оценивать последствия принятого решения и нести за него ответственность перед собой и обществом.
	2	неудовлетворительно	Готов осуществлять личностный выбор в конкретных профессиональных и морально-ценностных ситуациях, но не умеет оценивать последствия принятого решения и нести за него ответственность перед собой и обществом.
	3	удовлетворительно	Осуществляет личностный выбор в конкретных профессиональных и морально-ценностных ситуациях, оценивает некоторые последствия принятого решения, но не готов нести за него ответственность перед собой и обществом.
	4	хорошо	Осуществляет личностный выбор в стандартных профессиональных и морально-ценностных ситуациях, оценивает некоторые последствия принятого решения и готов нести за него ответственность перед собой и обществом.
	5	отлично	Умеет осуществлять личностный выбор в различных нестандартных профессиональных и морально-ценностных ситуациях, оценивать последствия принятого решения и нести за него ответственность перед собой и обществом.

Планируемые результаты обучения		Владеть: приёмами и технологиями целеполагания, целереализации и оценки результатов деятельности по решению профессиональных задач. (УК-5).	
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие навыков
	2	неудовлетворительно	Владеет отдельными приёмами и технологиями целеполагания, целереализации и оценки результатов деятельности по решению стандартных профессиональных задач, допуская ошибки при выборе приёмов и технологий их реализации.
	3	удовлетворительно	Владеет отдельными приёмами и технологиями целеполагания, целереализации и оценки результатов деятельности по решению стандартных профессиональных задач, давая не полностью аргументированное обоснование предлагаемого варианта решения.
	4	хорошо	Владеет приёмами и технологиями целеполагания, целереализации и оценки результатов деятельности по решению стандартных профессиональных задач, полностью аргументируя предлагаемые варианты решения.
	5	отлично	Демонстрирует владение системой приёмов и технологий целеполагания, целереализации и оценки результатов деятельности по решению нестандартных профессиональных задач, полностью аргументируя выбор предлагаемого варианта решения.

9.2.3. Этапы формирования общепрофессиональной компетенции - ОПК-1:

Планируемые результаты обучения		Знать: современные способы использования информационно-коммуникационных технологий в выбранной сфере деятельности (ОПК-1).	
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие знаний
	2	неудовлетворительно	Фрагментарные представления о современных способах использования информационно-коммуникационных технологий в выбранной сфере деятельности.
	3	удовлетворительно	В целом успешные, но не систематические представления о современных способах использования информационно-коммуникационных технологий в выбранной сфере деятельности.
	4	хорошо	В целом успешные, но содержащие отдельные пробелы представления о современных способах использования информационно-коммуникационных технологий в выбранной сфере деятельности.

	5	отлично	Сформированные представления о современных способах использования информационно-коммуникационных технологий в выбранной сфере деятельности используемые в практике научных исследований химической направленности.
--	---	---------	--

Планируемые результаты обучения			Уметь: выбирать и применять в профессиональной деятельности экспериментальные и расчетно-теоретические методы исследования. (ОПК-1) .
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие умений
	2	неудовлетворительно	Фрагментарное использование умения выбирать и использовать экспериментальные и расчетно-теоретические методы для решения научной задачи
	3	удовлетворительно	В целом успешное, но не систематическое использование умения выбирать и использовать экспериментальные и расчетно-теоретические методы для решения научной задачи.
	4	хорошо	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы использования умения выбирать и применять экспериментальные и расчетно-теоретические методы для решения научной задачи..
	5	отлично	Сформированное умение выбирать и использовать экспериментальные и расчетно-теоретические методы для решения научной задачи

9.2.4. Этапы формирования общепрофессиональной компетенции - ОПК-2:

Планируемые результаты обучения			Уметь: планировать научную работу, формировать состав рабочей группы и оптимизировать распределение обязанностей между членами исследовательского коллектива (ОПК-2) .
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие умений
	2	неудовлетворительно	Фрагментарное использование разделения научной работы на составные части, отсутствие умения оптимизировать распределение обязанностей между членами команды
	3	удовлетворительно	В целом успешное, но не систематическое использование умения планировать научную работу и формировать команду с адекватным распределением обязанностей между членами коллектива
	4	хорошо	Сформированное умение составления плана научной работы, схем взаимодействия при решении исследовательских и практических

			задач с оценкой их сильных и слабых сторон, но наличие определенных затруднений с формированием команды
	5	отлично	Сформированное умение составления плана научной работы с выделением параллельно и последовательно выполняемых стадий с оптимальным распределением обязанностей между членами коллектива.

9.2.5. Этапы формирования профессиональной компетенции - ПК-1:

Планируемые результаты обучения			Знать: современное состояние науки в области аналитической химии. (ПК-1).
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие знаний
	2	неудовлетворительно	Фрагментарные представления о современном состоянии науки в области аналитической химии и
	3	удовлетворительно	Неполные представления о современном состоянии науки в области аналитической химии
	4	хорошо	Сформированные представления, но содержащие отдельные пробелы представления о современном состоянии науки в области аналитической химии
	5	отлично	Сформированные систематические представления о современном состоянии науки в области аналитической химии

Планируемые результаты обучения			Владеть: методами планирования, подготовки, проведения научно-исследовательской работы по направленности (02.00.02 Аналитическая химия) (ПК-1).
Критерии и показатели оценивания результатов обучения	1	неудовлетворительно	Отсутствие навыков
	2	неудовлетворительно	Фрагментарное применение методов планирования, подготовки и проведения научно-исследовательской работы
	3	удовлетворительно	В целом успешное, но не систематическое применение методов планирования, подготовки и проведения научно-исследовательской работы
	4	хорошо	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы применения методов планирования, подготовки и проведения научно-исследовательской работы
	5	отлично	Успешное и систематическое применение методов планирования, подготовки и проведения научно-исследовательской работы

9.2.6. Оценочные средства (в виде устных вопросов, тем реферата).

9.2.6.1. Перечень примерных вопросов для текущего контроля знаний

Раздел 1. История и методология аналитической химии.

1. Аналитическая химия и химический анализ. Границы и области перекрывания. Аналитическая служба.
2. Автоматизация анализа (где, зачем, как).
3. Миниатюризация анализа.
4. Химические сенсоры (что это такое, их будущее).
5. Виды химического анализа.
6. Классификация аналитических методов.
7. Что значит разработать метод определения?
8. Сопоставление методов определения.
9. Тенденции в развитии методов анализа.
10. Основные объекты анализа; смена приоритетов.
11. Соотношение метод – объект анализа.
12. Контроль технологических процессов. Особенности, способы осуществления.
13. Нормативно-техническая документация по химическому анализу. Общий обзор.
14. Прогноз развития аналитической химии (тенденции; что надо было бы).

Раздел 2. Состояние и перспективы развития хроматографии и капиллярного электрофореза

1. Использование современной ГХ в нефтехимии.
2. Использование современной ГХ в экологии
3. Примеры использования современной ГХ в медицине.
4. Расширение областей применения газовой хроматографии (реакционная ГХ и парафазный анализ)
5. Виды загрязнения детектора и приемы его чистки.
6. Селективность и эффективность хроматографического разделения.
7. Классификация хроматографических методов.
8. Сорбенты для современной ВЭЖХ.
9. Принципы обращенно-фазовой и ионной хроматографии.
10. Области применения ВЭЖХ.
11. Какие новые детекторы используют в ВЭЖХ?
12. Каковы принципы действия спектрофотометрического и флуориметрического детекторов?
13. Каковы принципы действия кондуктометрического и электрохимического детекторов?
14. Причины и признаки появления неполадок в хроматографической системе.
15. Суть метода капиллярного электрофореза.
16. Каковы новые варианты капиллярного электрофореза?
17. Каков механизм разделения в капиллярном зонном электрофорезе?
18. Каковы принципы мицеллярной электрокинетической хроматографии?
19. Каковы достоинства и недостатки капиллярного электрофореза?
20. Каковы области перспективного использования капиллярного электрофореза.

Раздел 3. Состояние и перспективы развития масс- и хромато-масс-спектрометрии

Темы 1-3

1. Как формируется масс-спектр? Основные характеристики масс-спектров.
2. Опишите принцип действия различных типов масс-спектрометров.
3. Опишите основные механизмы, влияющие на уровень аналитического сигнала и ограничивающие чувствительность метода ИСП-МС.

4. Расскажите о методах пробоподготовки объектов различного состава и агрегатного состояния для ИСП-МС определения содержания аналита.
5. Расскажите о методах введения в плазму образцов с высоким содержанием органики и высоким уровнем кислотности.
6. Классификация масс-спектрометров для элементного и молекулярного анализа.
7. Сущность метода высокоэффективной жидкостной хроматографии – масс-спектрометрии. Типы и особенности источников ионизации.
8. Разновидности масс-анализаторов, используемых в сочетании с жидкостным хроматографом. Аналитические характеристики.
9. Качественный анализ методом ВЭЖХ-МС. Возможности и ограничения.
10. Аналитические возможности методов ВЭЖХ-МС(-МС). Определение следовых количеств в объектах со сложной матрицей.
11. Применение жидкостной масс-спектрометрии в современной практике.
12. Преимущества сочетания метода газовой хроматографии и метода масс-спектрометрии.
13. Ограничения метода ГХ-МС.
14. Область применения метода ГХ-МС. Аргументированный выбор метода ГХ-МС на примере анализа различных объектов.
15. Аналитический сигнал в методе ГХ-МС (в том числе и ГХ-МС/МС). Возможности его применения для качественного и количественного
16. анализа.
17. Особенности разделения многокомпонентных смесей органических соединений на капиллярных колонках. Выбор колонки для анализа известных определяемых веществ, неизвестных компонентов смеси.
18. Роль индексов удерживания в сочетании с масс-спектрами электронной и химической ионизации в подходах к идентификации компонентов сложных смесей органических соединений.

Тема 4. Объясните физический принцип метода МАЛДИ-МС/САЛДИ-МС

1. Какова роль матрицы в процессе ионизации?
2. Объясните алгоритм выбора матрицы.
3. Расскажите о приборном оформлении метода МАЛДИ-МС/САЛДИ-МС.
4. Какова область применения метода МАЛДИ-МС/САЛДИ-МС?
5. Расскажите об алгоритме идентификации белков и пептидов с использованием метода МАЛДИ-МС.
6. Каким образом осуществляется de-novo секвенирование белков и пептидов?
7. Расскажите о поисковых системах спектральных данных для МАЛДИ.
8. На каких принципах основана идентификация микроорганизмов методом МАЛДИ-МС?
9. Как проводят изучение тканевого распределения фармпрепаратов методом МАЛДИ?

Раздел 4. Современные области применения молекулярной спектроскопии

Тема 1. Микроскопия и микроспектроскопия

1. Объясните принципиальную разницу между спектроскопией, микроскопией и микроспектроскопией
2. Укажите наиболее широко распространённые области молекулярной спектроскопии и возможности их реализации в варианте микро- спектроскопии
3. Назовите области применения абсорбционной микроспектроскопии.

4. В чем преимущества лазерной оптико-акустической спектроскопии в микроскопическом анализе?
5. Расскажите о преимуществах лазерно-индуцированной флуоресцентной спектроскопии и микроспектроскопии.
6. Сравните микроспектроскопические методы анализа в рентгеновской, видимой и ИК-областях
7. В чем причины бурного развития ИК-спектроскопии в ближней ИК-области
8. Основные задачи, преимущества и недостатки микроспектроскопии светорассеяния.

Тема 2. Тепловая спектроскопия.

1. Список вопросов для проведения текущей и промежуточной аттестации
2. Назовите лазерные калориметрические методы. Каковы их особенности?
3. Принципы оптико-акустической и ультразвуковой спектроскопии их взаимосвязь.
4. Расскажите о задачах, преимуществах и недостатках лазерной оптико-акустической спектроскопии.
5. Расскажите о задачах, преимуществах и недостатках лазерной ультразвуковой спектроскопии.
6. Принципы термолинзовой спектрометрии. Основные методы: термолинзовая спектрометрия, фототермическая рефрактометрия, фото-термическое зеркало
7. Принципы, преимущества, недостатки и области применения термодифракционной спектроскопии
8. Принципы, преимущества, недостатки и области применения фототермической радиометрии
9. На чем основан послый калориметрический анализ?
10. Основные физические параметры, получаемы по тепловому каналу информации в калориметрических методах.
11. Тепловые спектроскопические методы

Тема 3. Молекулярная спектроскопия, микроспектроскопия и микроскопия при решении биомедицинских задач.

1. Перечислите наиболее важные задачи биологии и медицины, в которых востребована аналитическая молекулярная спектроскопия
2. Что такое тераностика?
3. Основные достоинства флуоресцентной спектроскопии, решения для биологии и медицины на ее основе
4. Назовите основные принципы проточной цитометрии и ее аппаратного оформления
5. Назовите основные принципы и задачи химического анализа отдельных клеток?
6. В чем основные достоинства абсорбционной спектроскопии перед флуоресцентной при решении биомедицинских задач? В чем проблемы реализации абсорбционной спектроскопии в этой области?
7. Какие детекторы, основанные на принципах молекулярной спектроскопии востребованы в современных хроматографических, электромиграционных и проточных методах анализа
8. Перечислите основные достоинства микрофлюидных технологий в аналитической химии?
9. Назовите основные типы микрофлюидных чипов.

10. Расскажите об основных принципах создания биочипов. Что такое органы-на-чипе?

Тема 4. Дистанционные методы спектроскопического анализа

1. Каковы возможности лазеров для осуществления дистанционного анализа?
2. Перечислите достоинства и недостатки спектроскопии светорассеяния, поглощения и флуоресценции в дистанционном анализе
3. Расскажите об основных типах спектрального анализа: собственно спектроскопии, радиометрии и анализа образов и их комбинаций
4. Расскажите об основных принципах и типах лидарного анализа
5. Расскажите об основных задачах применения гипервидеоспектроскопии
6. Какие задачи решает ИК-дистанционный анализ. В чем его достоинства и недостатки.
7. Расскажите об основных задачах дистанционного аналитического мониторинга
8. В чем особенности аппаратного оформления дистанционного анализа.
9. Применение корреляционной спектроскопии для задач дистанционного анализа.

Раздел 5. Биохимические методы анализа: основы и области применения.

1. Что является аналитическим сигналом в биохимических методах?
2. Каковы особенности действия фермента как катализатора?
3. Какие компоненты ферментативного процесса могут быть определены ферментативным методом?
4. Чем ограничены нижняя и верхняя границы определяемых содержаний субстрата, фермента и ингибитора?
5. Какой принцип положен в основу иммунохимических методов?
6. Что такое антиген, антитело, иммунный комплекс?
7. Какие метки используют в иммунохимических методах, какова их роль?
8. Каковы преимущества иммунохимических методов и области их применения?

Раздел 6. Электрохимические методы анализа. Современное состояние и перспективы.

1. Основы электрохимической термодинамики и кинетики. Теории строения двойного электрического слоя; их эволюция. Ток как функция потенциала. Уравнение разряда для обратимой реакции. Стационарная вольтамперометрия.
2. Нормальная импульсная вольтамперометрия. Форма задаваемого сигнала и форма вольтамперной кривой. Ток как функция концентрации.
3. Дифференциальная импульсная вольтамперометрия.
4. Квадратно-волновая вольтамперометрия.
5. Линейная развертка потенциала. Форма задаваемого сигнала и форма вольтамперной кривой.
6. Циклическая вольтамперометрия.
7. Визуализация отдельных наночастиц. Визуализация единичной молекулы. Электрохимическая микроскопия.
8. Схема биосенсора и принципа его действия.
9. Требования к сенсорам и биосенсорам (их отличие от прочих аналитических устройств).
10. История создания биосенсоров: амперометрический, потенциометрический и оптический.

11. Классификация биосенсоров. Способы «биоузнавания» и примеры биомолекул. Типы транзьюсеров.
12. Ферментные электроды: три поколения биосенсоров. Потенциометрические биосенсоры и полевые транзисторы.
13. Биосенсоры II поколения: глюкозооксидаза и персональные глюкозные тесты.
14. Примеры медиаторных систем. Примеры коммерческого использования.
15. Биосенсоры III поколения.

9.2.6.2. Список примерных тем для рефератов

1. Принцип масс-спектрометрии с изотопным разбавлением.
2. Принцип ТИМС.
3. Масс-спектрометрия с лазерным пробоотбором.
4. Разделение ионов и сравнительные характеристики масс-спектрометров.
5. Способы иммобилизации ферментов различных классов.
6. Применение иммобилизованных ферментов во внелабораторном анализе.
7. Биосенсоры. История развития. Применение для решения задач экологического контроля, анализа биологических жидкостей.
8. Варианты иммунохимического анализа. Примеры использования в медицинской практике.
9. Использование биологических методов анализа в анализе объектов окружающей среды.

9.2.5.3. Вопросы к экзамену формируются на основе программы кандидатского минимума:

(ВАК: ПРОГРАММА-МИНИМУМ кандидатского экзамена по специальности 02.00.02 «Аналитическая химия» по химическим, физико-математическим и техническим наукам. 2007. 14 с.

Введение

Настоящая программа охватывает основополагающие разделы аналитической химии, основные методы, средства и объекты химического анализа. Программа разработана экспертным советом Высшей аттестационной комиссии по химии (секция неорганической химии) при участии Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН и Московского технологического университета.)

Для определения химического состава веществ и материалов в настоящее время привлекают методы, основанные на химических, физических и биологических принципах. Это приводит к тому, что аналитикам, специализирующимся, например, в области нейтронно-активационного анализа, нужны существенно иные знания по сравнению с аналитиком, работающим в области кулонометрии. В то же время и те, и другие должны быть знакомы с общими вопросами аналитической химии, такими, как требования к представительности пробы и правилам ее отбора, или способы извлечения информации из аналитического сигнала, должны представлять себе положение и роль каждого метода в общем арсенале методов аналитической химии, уметь правильно выбирать методы анализа, отвечающие поставленной задаче. Будущему кандидату наук следует знать современное состояние и тенденции развития аналитической химии и аналитической службы, иметь представление об основных научных центрах и сообществах аналитиков, о научной литературе. В связи с этим представляется целесообразным иметь общую программу, которая дает возможность принимать кандидатский экзамен в рамках подготовки кандидатов химических, физико-математических и технических наук по специальности "Аналитическая химия".

Необходимость составления единой программы диктуется также тем, что реальный анализ часто включает в качестве отдельных этапов разнородные операции; иногда сам метод анализа, в том числе в приборном оформлении, основан на различных принципах. К та ким относятся, например, хроматографические методы анализа.

Настоящая программа экзамена кандидатского минимума охватывает основополагающие разделы аналитической химии, основные методы средства и объекты анализа. Помимо общего экзамена по аналитической химии рекомендуется сдавать экзамены по отдельным разделам аналитической химии, тематически соответствующим профилю диссертационной работы соискателя или аспиранта. Эти разделы определяются организацией, где сдается экзамен, и научным руководителем экзаменуемого; по месту сдачи экзамена разрабатываются и утверждаются соответствующие дополнительные программы. Темы специальных экзаменов не должны быть слишком узкими; примерами могут служить спектроскопические либо электрохимические методы анализа.

1. ОБЩИЕ ВОПРОСЫ

1.1. Введение

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.

Аналитические задачи: обнаружение, идентификация, определение, тестирование веществ.

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

Основные характеристики методов определения: чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность. Метод и методика. Продолжительность, трудоемкость, стоимость, приборное обеспечение методики анализа.

Виды химического анализа: изотопный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой). Анализ и контроль, их специфика.

Единство аналитического процесса. Диалектическая связь проблемы, метода, объекта анализа и определяемого компонента. Организация аналитической службы, ее функции: контроль технологических процессов. Маркировочные анализы. Результат химического анализа как показатель качества продукции. Арбитражный анализ.

Принципы унификации и стандартизации аналитических методов.

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Химические методы

Химические превращения вещества – основа химических методов. Использование законов термодинамики (химическое равновесие) и кинетики для описания и управления реальными гомогенными и гетерогенными системами.

2.1.1. Теоретические основы

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).

Краткая характеристика реакций и процессов

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.

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

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.

2.1.2. Гравиметрические методы

Сущность, значение, достоинство и ограничения прямых и косвенных 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.

Комплексометрическое титрование. Сущность, аналитические особенности. Использование аминополикарбоновых кислот в комплексометрии. Этилендиаминтетрауксусная кислота и ее динатриевая соль (ЭДТА). Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Примеры практического использования комплексометрического 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 измерения 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.

2.7.6. Газовольюметрический анализ

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

2.1.7. 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 ионоселективных электродов и их характеристики. Ферментные и газочувствительные электроды. солевые транзисторы. Потенциометрическое титрование с неполяризованными и поляризованными электродами. Хронопотенциометрия прямая и инверсионная.

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

Вольтамперометрия. Характеристики вольтамперограмм как метода изучения и определения органических и неорганических соединений. Метрологические характеристики классической, осциллографической, импульсной и переменного-токовой 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 ана-

2.2.1. 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.

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 (лампа с полым катодом, лазер, ксеноновая лампа, безэлектродная разрядная лампа). Пламенная

атомизация. Характеристики пламен и их выбор. Типы горелок. Непламенные методы атомизации проб: графитовая кювета, графитовая трубчатая печь, импульсная лампа, лазер, плазменная горелка. Способы подготовки пробы. Помехи: химические и физические. Чувствительность и избирательность. Примеры использования.

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

2.2.2. Методы рентгеновской и электронной спектроскопии

Теоретические основы. Основные свойства и характеристики рентгеновского излучения. Спектры излучения, поглощения и флуоресценции и их связь со строением атома. Дифракция рентгеновских лучей. Способы измерения аналитического сигнала.

Рентгеноэмиссионный анализ. Принцип метода. Закон Мозли. Качественный и количественный анализ. Электронно-зондовый микроанализ: принцип, аналитические особенности, применение.

Рентгеноабсорбционный анализ. Принцип метода. Зависимость массового коэффициента поглощения от атомной массы и порядкового номера элемента. Критический край поглощения. Аналитические методы, основанные на прямом поглощении и поглощении на критическом крае.

Рентгенофлуоресцентный анализ. Основы метода. Природа флуоресцентного рентгеновского излучения. Выход флуоресценции и его зависимость от атомного номера элемента. Факторы, определяющие интенсивность рентгенофлуоресцентной линии. Матричные эффекты. Достоинства метода. Практическое применение.

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС; электронная спектроскопия для химического анализа). Основы метода. Взаимосвязь энергии связи электрона и ядра с энергией фотона рентгеновского излучения и кинетической энергией. Зависимость энергии связи от атомного номера элемента. Анализ поверхностей. Ультрафиолетовая фотоэлектронная спектроскопия.

Оже-электронная спектроскопия. Принцип метода. Фотоэлектронный спектр. Зависимость энергии Оже-электронов от атомного номера элемента. Области применения.

2.2.3. Методы молекулярной оптической спектроскопии

Теоретические основы. Молекулярные спектры поглощения, испускания. Основные законы светопоглощения и испускания. Светорассеяние. Поляризация и оптическая активность. Способы измерения аналитического сигнала.

Спектрофотометрия. Электронные спектры и энергетические переходы в молекулах. Способы монохроматизации светового потока. Пути повышения избирательности определения. Способы определения концентрации веществ. Дифференциальный метод в спектрофотометрии. Анализ многокомпонентных систем. Дифференциальная спектрофотометрия. Спектрофотометрическое титрование. Производная спектрофотометрия. 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. Люминесцентное титрование.

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. Рэлеевское рассеяние и рассеяние Тиндаля. Основные закономерности светорассеяния. Практическое применение.

Фотоакустическая спектроскопия. Принцип метода. Основные закономерности. Применение.

Поляриметрия, дисперсия оптического вращения и круговой дихроизм. Оптическая активность и стереоизомерия. Поляризация (вращение) излучения. Степень вращения, удельное вращение. Зависимость оптической активности соединений от длины волны. Эффект Коттона. Спектры кругового дихроизма и оптической вращательной дисперсии. 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 мягкой ионизации для получения молекулярных и квазимолекулярных ионов. Способы масс-анализа, регистрация и интерпретация спектров. Качественный и количественный анализ. Анализ газообразных, жидких и твердых веществ. Изотопное разбавление в масс-спектрометрии. Локальный и послыйный анализ. Области применения: изотопный, элементный, структурный и молекулярный анализ, определение газообразующих примесей. Хромато-масс-спектрометрия. Типы масс-спектрометров: динамические, статические, с двойной фокусировкой.

2.2.5. Методы магнитного резонанса ядер и электронов

Теоретические основы. Магнитно-дипольные переходы. Механизмы релаксации: спин-решеточная и спин-спиновая релаксация. Гидромагнитное отношение.

ЯМР-спектроскопия: магнитный момент ядра и его взаимодействие с магнитным полем; реализация магнитного резонанса; химический сдвиг и спин-спиновое взаимодействие; применение в структурных исследованиях.

ЭПР-спектроскопия: положение резонансного сигнала и g-фактора; электрон-ядерное и 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 при облучении нейтронами. Чувствительность и точность.

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. Параметры спектров. Химический сдвиг. Квадрупольное расщепление. Аналитическая информативность метода. Области применения.

2.2.7. Методы локального анализа и анализа поверхности

Классификация, основы, достоинства и области применения. Понятия продольной и поперечной локальности. Способы пробоотбора и пробоподготовки. Методы, используемые в локальном анализе: масс-спектрометрия вторичных ионов и лазерная масс-спектрометрия, рентгеноспектральный микроанализ, рентгеноэлектронная спектроскопия, электронная 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 механизмов: 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. Детектиры.

2.4.2. Газовая хроматография

Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография. 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. Объекты исследования. Требования к носителям и неподвижным жидким фазам. Влияние при-

роды жидкой фазы и разделяемых веществ на эффективность разделения.

Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Реакционная газовая хроматография. Примеры применения для идентификации веществ, для анализа сложных смесей, объектов окружающей среды.

Сверхкритическая флюидная хроматография. Сущность, особенности и отличия от газовой и жидкостной хроматографии, применение.

2.4.3. Жидкостная хроматография

Высокоэффективная жидкостная хроматография. 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.

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.

Аффинная хроматография. Специфика аффинной хроматографии, применяемые адсорбенты. Условия проведения процесса разделения. 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. Маскирование и демаскирование.

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

Экстракция. Закон распределения. Экстракция и растворимость. 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.

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 изо-тахофорез.

Испарение, сублимация и родственные методы. Количественные характеристики. Классификация методов. Испарение, сублимация или 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.

3. 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 (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. 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 регрессионного анализа для построения градуировочных зависимостей. Способы проверки адекватности регрессионной модели. Нахождение содержания вещества по градуировочной зависимости, статистическая оценка результата.

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

Метрологическое обеспечение контроля состава веществ 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. Векторы и матрицы аналитических сигналов (признаков). Первичная обработка многомерных данных: центрирование, нормирование (масштабирование), взвешивание. Корреляционная и ковариационная матрицы, их собственные векторы и собственные значения. Понятие о факторном анализе. Многомерный регрессионный анализ, многомерная градуировка. Разделение перекрывающихся аналитических сигналов и анализ многокомпонентных систем с использованием многомерного регрессионного анализа. Понятие об обусловленности матрицы, устойчивости решений, корректных и некорректных задачах. Определение числа компонентов системы по рангу матрицы аналитических сигналов. Классификация данных. Основы кластерного и дискриминантного анализа. Применение теории распознавания образов для идентификации веществ и прогнозирования условий анализа. Понятие об экспертных системах и искусственном интеллекте. Базы знаний.

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 равновесий.

4. АВТОМАТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА

Автоматизация и механизация 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 и другие 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; спекание, сплавление, термическое разложение, 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, мономеры и сопутствующие вещества, пластмассы, синтетические и искусственные волокна, клеи, продукты нефтепереработки, горюче-смазочные материалы, кинофотоматериалы, белки, жиры, углеводы, стимуляторы роста. Пестициды. Особенности анализа органических объектов; специфические отличия от неорганических объектов.

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

Функциональный анализ. Цель химических превращений, выбор путей и способов превращения, понятие об аналитической форме. Способы измерения аналитического сигнала. Типовые групповые реакции. Идентификация и определение структурных фрагментов и строения органических соединений (сопряженные и несопряженные кратные связи, циклические и линейные структуры, ароматические ядра, стереоизомеры).

Молекулярный анализ органических объектов. Особенности разделения органических веществ. Интерпретация аналитических откликов на групповые реакции и индивидуальные соединения. Интегральные аналитические оценки ("число омыления", "йодное число").

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. Тест-методы.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

№ листа изменений или наименование элемента приложения	№ протокола Ученого Совета (секции Уч. Совета)	Дата заседания Ученого Совета (секции Уч. Совета)	Всего листов в документе	Подпись зам. директора по научной работе
	Рабочая программа обсуждена и принята на заседании Ученого совета ГЕОХИ РАН, протокол № 8	22 октября 2014 года	35	
--	Обновленный текст программы принят на заседании Ученого совета РАН, Протокол №11(8)	28 декабря 2016 года	35	