

федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования
**ПЕРВЫЙ МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ имени И.М. СЕЧЕНОВА**
Министерства здравоохранения Российской Федерации
(Сеченовский Университет)

АННОТАЦИЯ
РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЫ

Направленная на подготовку к сдаче кандидатского экзамена по специальности
«Аналитическая химия»

(наименование дисциплины)

основная профессиональная образовательная программа высшего образования –
программа подготовки научно-педагогических кадров высшей квалификации –
программа аспирантуры
04.06.01 – Химические науки

код и наименование укрупненной группы специальностей (направлений подготовки)
02.00.02 Аналитическая химия
код и наименование направления подготовки (специальности)

1. Введение

Аналитическая химия – это раздел химической науки, разрабатывающий на основе фундаментальных законов химии и физики принципиальные методы и приемы качественного и количественного анализа атомного, молекулярного и фазового состава вещества. Специальность 02.00.02 «Аналитическая химия» направлена на подготовку научных и научно-педагогических кадров, а также высококвалифицированных специалистов, способствующих решению современных проблем медицины и фармации. «Аналитическая химия» является обязательной дисциплиной образовательной составляющей программы подготовки аспирантов по научной специальности 02.00.02 «Аналитическая химия». Итогом освоения программы дисциплины специальности является кандидатский экзамен по специальности.

2. Цель кандидатского экзамена

Цель экзамена – установить уровень профессиональных знаний соискателя ученой степени, уровень подготовленности к самостоятельной научно-исследовательской работе. Сдача кандидатских экзаменов обязательна для присуждения ученой степени кандидата наук.

3. Форма проведения кандидатского экзамена

Кандидатский экзамен по специальности проводится в форме собеседования по вопросам экзаменационного билета, включающего 3 вопроса:

- 1, 2 вопросы касаются базовых знаний дисциплины специальности,
- 3 вопрос посвящён научно-квалификационной работе аспиранта.

4. Требования к результатам освоения дисциплины специальности

№	В результате изучения дисциплины специальности	Оценочные средства
---	--	--------------------

п/п	аспиранты должны	
1	<p><u>Знать:</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - задачи научных исследований по направлению деятельности, базовые принципы и методы их организации; - основные современные тенденции в области аналитической химии, её роль в решении современных проблем человечества; - возможные сферы и направления профессиональной самореализации; - приемы и технологии достижения профессиональной цели; - пути повышения уровней профессионального и личного развития; - способы представления и методы передачи информации по результатам исследований и их сравнительной оценки для различных контингентов слушателей; - фундаментальные основы науки «Аналитическая химия», цели и задачи аналитической химии, химического анализа; пути и способы их решения. - основные разделы аналитической химии, химического анализа. - основные понятия аналитической химии, аналитические реагенты. - основные этапы развития аналитической химии, ее современное состояние. - применение основных положений теории растворов, учения о химическом равновесии, химической кинетике, катализе, адсорбции в аналитической химии. - принципы качественного анализа. Качественный анализ основных классов неорганических и органических веществ. Основы методов выделения, разделения, концентрирования веществ. - использование современных физических и физико-химических методов в качественном и количественном анализе. - основы гравиметрии, титриметрии, инструментальных (физических и физико-химических) методов количественного анализа. - основы математической статистики применительно к оценке правильности и воспроизводимости результатов количественного анализа. - основные литературные источники и справочную литературу по аналитической химии. - основные правила охраны труда и техники безопасности при работе в химической лаборатории. - основные виды лабораторного оборудования; 	Контрольные вопросы
2	<p><u>Уметь:</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - составлять общий план работы по заданной теме, предлагать методы исследования и способы обработки 	Контрольные вопросы

	<p>результатов;</p> <ul style="list-style-type: none"> - осуществлять отбор материала, характеризующего достижения науки с учетом специфики направления подготовки; - работать на лабораторном оборудовании в соответствии с тематикой научно-исследовательской работы; - составлять план работы по заданной теме, использовать методы математического планирования научных исследований, анализировать получаемые результаты; - формулировать обоснованные выводы на основании критического анализа научных данных; - интерпретировать результаты диагностических лабораторных исследований; - самостоятельно работать с учебной и справочной литературой по аналитической химии. - отбирать среднюю пробу, составлять схему анализа, проводить качественный и количественный анализ вещества. - выполнять исходные вычисления, итоговые расчеты с использованием статистической обработки результатов анализа. - пользоваться мерной посудой, аналитическими весами. - готовить и стандартизировать растворы аналитических реагентов. - работать с основными типами приборов, используемых в анализе (микроскопы, фотоэлектродетекторы, флуориметры, спектрофотометры, потенциометры, установки для кулонометрии, хроматографы и др.). - оформлять протоколы анализов. - анализировать лекарственные средства и другие биологически активные вещества. 	
3	<p><u>Владеть:</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - систематическими знаниями по направлению деятельности; - базовыми навыками проведения научно-исследовательских работ по предложенной теме; - навыками безопасного использования лабораторного оборудования и приборов в повседневной профессиональной деятельности; - основными приемами и техникой выполнения качественного и количественного анализа объектов фармацевтического профиля. - техникой приготовления растворов. - основными приемами работы с аналитическими приборами. 	Контрольные вопросы

5. Содержание разделов кандидатского экзамена

РАЗДЕЛЫ	СТРУКТУРА РАЗДЕЛОВ
1. Общие теоретические основы аналитической химии	Аналитическая химия (аналитика) и химический анализ. Основные понятия аналитической химии. Основные разделы современной аналитической химии. Некоторые положения теории растворов электролитов и закона действующих масс, применяемые в аналитической химии (в аналитике). Гетерогенные равновесия в системе осадок - насыщенный раствор малорастворимого электролита и их роль в аналитической химии (в аналитике). Кислотно-основные равновесия и их роль в аналитической химии (в аналитике). Окислительно-восстановительные равновесия и их роль в аналитической химии. Равновесия комплексообразования и их роль в аналитической химии (в аналитике). Применение органических реагентов в аналитической химии (в аналитике). Методы разделения и концентрирования веществ в аналитической химии (в аналитике). Некоторые хроматографические методы анализа.
2. Качественный анализ веществ	Качественный анализ катионов и анионов. Применение физических и физико-химических методов в качественном анализе
3. Количественный анализ веществ	Классификация методов количественного анализа. Требования, предъявляемые к реакциям в количественном анализе. Роль и значение количественного анализа в фармации. Статистическая обработка результатов количественного анализа. Гравиметрический анализ. Химические титриметрические методы анализа. Титрование в неводных средах.
4. Инструментальные (физико-химические) методы исследования	Общая характеристика инструментальных (физико-химических) методов анализа, их классификация, достоинства и недостатки. Оптические методы анализа. Молекулярный спектральный анализ в ультрафиолетовой и видимой области спектра. Люминесцентный анализ. Хроматографические методы анализа. Электрохимические методы анализа.

6. Оценочные средства

Перечень контрольных вопросов к кандидатскому экзамену по специальности:

1. Для анализа получен бесцветный раствор без осадка. При добавлении к анализируемому раствору натрия гидроксида и водорода пероксида выпал бурый осадок, нерастворимый в избытке щелочи и аммиака. При добавлении к подкисленному азотной кислотой анализируемому раствору нескольких крупинок натрия висмутата наблюдали окрашивание раствора в малиновый цвет. После операции «содовой вытяжки» к нейтрализованному уксусной кислотой раствору добавили раствор $BaCl_2$ – образовался осадок, нерастворимый в разбавленной соляной кислоте. Какие ионы содержит анализируемый раствор?

2. Для анализа получен бесцветный раствор без осадка. При добавлении к анализируемому раствору разбавленных минеральных кислот наблюдали выделение бесцветного газа, который при пропускании через известковую воду вызывал ее

помутнение. При взаимодействии с раствором натрия и свинца гексанитрокупрата наблюдали образование кубических кристаллов черного цвета. При добавлении раствора бария хлорида образовался осадок, растворимый в соляной и уксусной кислотах. Какие ионы содержит анализируемый раствор?

3. Для анализа дан розовый прозрачный раствор. С отдельными порциями раствора провели следующие испытания:
 - при действии аммиака образовался синий осадок, который растворился в избытке реактива с образованием грязно-желтого раствора,
 - при действии KNCS в слабо кислой среде наблюдалось изменение окраски раствора в синий цвет,
 - при действии нитрата серебра образовался белый осадок, который растворился в аммиаке. Какие ионы содержит анализируемый раствор?
4. Для анализа дан желтый прозрачный раствор. С отдельными порциями раствора провели следующие испытания:
 - при действии раствора гексацианоферрата (II) калия образовался темно-синий осадок «берлинской лазури»,
 - при действии раствора тиоцианата калия появилось кроваво-красное окрашивание,
 - при действии нитрата серебра образовался осадок, который полностью растворился в концентрированном аммиаке. Какие ионы содержит анализируемый раствор?
5. Для анализа получен бесцветный раствор без осадка. При добавлении к анализируемому раствору разбавленных минеральных кислот наблюдали образование белого осадка. Осадок, полученный при взаимодействии с серной кислотой, растворился при нагревании в насыщенном растворе аммония ацетата. При добавлении к исходному анализируемому раствору калия дихромата образовался осадок желтого цвета. При добавлении FeCl_3 раствор окрасился в темно красный цвет, а при кипячении выпал хлопьевидный осадок. Какие ионы содержит анализируемый раствор?
6. Применение закона действующих масс в аналитической химии.
7. Применение органических реагентов в аналитической химии.
8. Гравиметрический анализ: сущность, классификация методов, основные этапы, расчеты массы анализируемой пробы, объема осадителя и результатов анализа.
9. Применение экстракции в аналитической химии: принцип метода жидкостной экстракции, основные понятия метода, экстракционное равновесие, использование процессов экстракции в фармацевтическом анализе.
10. Тонкослойная хроматография: принцип и основные понятия метода, материалы, применяемые в ТСХ, техника эксперимента, применение ТСХ в фармацевтическом анализе.
11. Кислотно-основное титрование: сущность, титранты, индикаторы метода, кривые кислотно-основного титрования, применение метода, достоинства и недостатки кислотно-основного титрования.
12. Перманганатометрия: сущность, титрант, условия проведения, применение метода, достоинства и недостатки перманганатометрического титрования.
13. Дихроматометрия: сущность, титрант метода, определение конечной точки титрования, применение метода, достоинства и недостатки дихроматометрического титрования.
14. Иодиметрия: сущность, титрант метода, условия проведения, определение конечной точки титрования, применение метода, достоинства и недостатки перманганатометрического титрования.
15. Броматометрия: сущность, титрант, индикаторы метода, условия проведения, применение метода, достоинства и недостатки броматометрического титрования.

16. Нитритометрия: сущность, титрант метода, определение конечной точки титрования, применение метода, достоинства и недостатки нитритометрического титрования.
17. Комплексонометрическое титрование: сущность, титранты, индикаторы, виды комплексонометрического титрования.
18. Осадительное титрование: сущность, титранты, индикаторы, виды проведения осадительного титрования, кривые осадительного титрования.
19. Аргентометрия: сущность, титрант, разновидности метода, применение, достоинства и недостатки аргентометрического титрования.
20. Тиоцианатометрия: сущность, титрант, применение, достоинства и недостатки тиоцианатометрического титрования.
21. Количественный фотометрический анализ: условия фотометрического определения, нахождение концентрация определяемого вещества.
22. Фотоколориметрия: сущность метода, применение в фармацевтическом анализе.
23. Спектрофотометрия: сущность метода, применение в фармацевтическом анализе.
24. Флуоресцентный анализ: природа и некоторые характеристики флуоресценции, условия проведения анализа, методы определения концентрации.
25. Газожидкостная хроматография: сущность метода, количественный анализ, применение.
26. Ионообменная хроматография: сущность метода и его применение
27. Кулонометрия: сущность метода, применение в фармацевтическом анализе.
28. Прямая потенциометрия: принцип метода, определение концентрации веществ.
29. Потенциометрическое титрование: принцип метода, кривые потенциометрического титрования, применение метода
30. Полярографический анализ: сущность метода, методы определения концентрации, применение.

31. Рассчитать ионную силу раствора, полученного смешиванием одного объема 0,03 моль/л раствора алюминия хлорида, двух объемов 0,03 моль/л раствора алюминия нитрата и трех объемов 0,004 моль/л алюминия сульфата.
32. При какой молярной концентрации фосфат-ионов из насыщенного раствора серебра оксалата выпадет осадок серебра фосфата?
33. Рассчитать константу и степень гидролиза соли в 0,10 моль/л растворе аммония сульфата.
34. Чему равен реальный окислительно-восстановительный потенциал электрода, опущенного в раствор, 1 л которого содержит по 0,01 моль калия бромата, калия бромида и хлороводорода?
35. Как изменится равновесная концентрация ионов цинка в 0,20 моль/л растворе тетрагидроксоцинката, если рН этого раствора увеличить с 11 до 12?
36. До какого объема (в мл) следует разбавить 25,00 мл раствора калия дихромата с молярной концентрацией 0,02555 моль/л для получения раствора с титриметрическим фактором пересчета калия дихромата по железу(II), равным $3,839 \cdot 10^{-3}$ г/мл?
37. Рассчитать титр раствора (в мг/мл) калия дихромата, если в 250 мл раствора содержится 1,2230 г соли.
38. Навеску калия бромата массой 2,500 г растворили в воде и получили 500,0 мл раствора. Рассчитать титр полученного раствора по мышьяка(III) оксиду.

39. Для стандартизации раствора хлороводородной кислоты по натрия карбонату в присутствии индикатора метилового оранжевого навеску безводного натрия карбоната массой 0,5300 г растворили в воде и получили 100,0 мл раствора соли. Рассчитайте молярную концентрацию эквивалента соли в полученном растворе.
40. Раствор серной кислоты объемом 20,00 мл с молярной концентрацией 0,02500 моль/л титруют 0,0500 моль/л раствором натрия гидроксида. Рассчитайте рН раствора при прибавлении 18,00 мл титранта.
41. К 10,0 мл 0,0600 моль/л раствора железа(II) сульфата прибавили 4,0 мл раствора калия перманганата с молярной концентрацией 0,0300 моль/л. Рассчитайте реальный окислительно-восстановительный потенциал полученного раствора, если концентрация ионов водорода в этом растворе равна 1 моль/л.
42. Раствор серебра нитрата с молярной концентрацией 0,1000 моль/л титруют раствором калия тиоцианата с такой же концентрацией. Рассчитайте pAg , если к 10,00 мл раствора серебра нитрата прибавлено 9,90 мл титранта.
43. Калия бромид растворили в воде и получили 250 мл раствора. К 15 мл данного раствора прибавили 20 мл стандартного раствора серебра нитрата с концентрацией 0,05050 моль/л. На титрование полученного раствора израсходовали 4,50 мл раствора тиоцианата аммония с концентрацией 0,05110 моль/л. Рассчитайте массу калия бромида в граммах в исходном анализируемом растворе.
44. Рассчитайте поправочный коэффициент для 0,1 моль/л раствора хлороводородной кислоты, если при стандартизации этого раствора на титрование 10,00 мл раствора натрия тетрабората с молярной концентрацией эквивалента 0,1050 моль/л израсходовано 9,60 мл стандартизируемого раствора.
45. Вычислить массу уксусной кислоты в 100 мл раствора, если на титрование аликвотной доли этого раствора 10,00 мл было израсходовано 12,25 мл раствора калия гидроксида с титриметрическим фактором пересчета титранта по уксусной кислоте $3,000 \cdot 10^{-3}$ г/мл.
46. На титрование 20,00 мл анализируемого раствора, содержащего соль железа(III), израсходовано 18,50 мл раствора ЭДТА с молярной концентрацией 0,02500 моль/л и поправочным коэффициентом 0,9800. Рассчитайте массу (в граммах) железа(III) в 100,0 мл анализируемого раствора.
47. Рассчитайте массу аммония хлорида в граммах в 100,0 мл анализируемого раствора, если после прибавления к 20,00 мл этого раствора 25,00 мл 0,09940 моль/л раствора натрия гидроксида полученный раствор прокипятили до полного удаления аммиака и на титрование избытка непрореагировавшей щелочи израсходовали 15,24 мл раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,05200 моль/л.
48. Навеску образца соли марганца(II) массой 4,500 г растворили в воде и получили 200,0 мл раствора. На титрование 10,00 мл полученного раствора израсходовано 13,50 мл раствора ЭДТА с молярной концентрацией 0,05000 моль/л. Рассчитайте массовую долю (в процентах) марганца(II) в образце.
49. Оптическая плотность раствора, содержащего кобальт (II) и никель (II) равна 0,66. Рассчитайте молярную концентрацию кобальта в этом растворе, если концентрация никеля равна $1,5 \cdot 10^{-4}$ моль/л, а молярные коэффициенты погашения при 360 нм равны: для кобальта 3500, для никеля 3200. Толщина кюветы 1 см.

50. По приведенным ниже данным рассчитайте удельный коэффициент погашения продукта фотометрической реакции в растворе в пересчете на определяемое вещество: Mn^{2+} , концентрация 2,20 мг/л, толщина слоя 5,00 см, оптическая плотность 0,484.

51. Рассчитайте минимальную концентрацию (мкг/мл) висмута(III) в анализируемом растворе, которую еще можно определить фотометрическим методом с применением нижеуказанной реакции, если фотометрирование раствора проводится в кювете с толщиной поглощающего слоя 1,00 см, а минимальное значение оптической плотности, измеряемое на спектрофотометре, равно 0,01. Молярный коэффициент погашения $9,1 \cdot 10^3$ моль⁻¹л.см⁻¹.

52. По приведенным ниже данным с применением метода одного стандарта рассчитайте содержание (мг) дихромата калия в 50 мл анализируемого раствора, если при измерении оптическая плотность анализируемого раствора оказалась равной 0,32, а оптическая плотность стандартного раствора с концентрацией 0,012 мг/мл – 0,34.

53. Навеску пробы массой 5,700 г, содержащую оксид мышьяка(III), растворили и оттитровали электрогенерированным иодом. На титрование затрачено 17 мин 20 секунд при силе тока 96,5 мА. Рассчитайте массовую долю оксида мышьяка(III) ($M=197,841$ г/моль) в процентах в пробе.

54. Из раствора $CuSO_4$ необходимо выделить 8,00 г меди ($M=63,546$ г/моль). Рассчитайте необходимое для этого время электролиза в минутах, если сила тока составит 10,0 А.

55. Рассчитайте потенциал платинового электрода в растворе, содержащем 0,2 моль/л $Fe(III)$ и 0,05 моль/л $Fe(II)$, относительно стандартного водородного электрода при комнатной температуре. Коэффициенты активности принять равными 1.

56. При определении свинца(II) методом полярографии навеску образца растворили в воде в мерной колбе на 100 мл. При полярографировании полученного раствора на фоне ацетатного буфера высота волны свинца(II) составила 26 мм. Высота волны, полученной при полярографировании 0,01 моль/л стандартного раствора свинца (II) в аналогичных условиях, составила 38 мм. Рассчитайте массовую долю свинца в граммах в анализируемом растворе.

57. Провели анализ смеси пропанола и ацетона методом ГЖХ. Используя метод внутренней нормализации, рассчитайте массовую долю (в процентах) пропанола по следующим результатам хроматографии: расстояния удерживания равны 33 мм, 45 мм, высоты пиков равны 48 мм, 80 мм соответственно, ширины обоих пиков на половине высоты равны 5 мм.

58. Рассчитайте степень разделения при ГЖХ – разделении изопропанола и пропанола, если по хроматограмме получены следующие характеристики их пиков: расстояния удерживания 25 мм и 33 мм, высоты пиков – 50 мм и 40 мм, ширины пиков у основания – 5 мм и 6 мм соответственно.

59. Примеси остаточного растворителя – изопропанола в субстанции диабенол определяют методом ВЭЖХ. Для приготовления анализируемого раствора растворяют 0,500 г субстанции в 10 мл дистиллированной воды. Измеряют высоту пика изопропанола (в мм) на хроматограммах стандартного 0,080 мг/мл изопропанола и анализируемого растворов. Рассчитайте процентное содержание изопропанола в субстанции, если отношение высот пиков изопропанола найдено равным $h(x)/h(ст) = 0,95$.

60. Интенсивность излучения анализируемого раствора рибофлавина равна 45. Рассчитайте концентрацию этого раствора (в мкг/100 мл), если интенсивность излучения стандартного раствора рибофлавина, имеющего концентрацию 0,050 мкг/мл, равна 50.

Вопросы по диссертации:

1. Актуальность темы диссертационной работы.
2. Научная новизна.
3. Материалы и методы исследования, применяемые в работе.
4. Валидация методов анализа.
5. Практическая значимость работы.

7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (печатные, электронные издания, интернет и другие сетевые ресурсы)

7.1. Перечень рекомендуемой литературы

№	Наименование согласно библиографическим требованиям
1	Грибанова С.В., Удянская И.Л., Янкова В.Г., Эпштейн Н.Б. Контрольно-измерительные материалы по аналитической химии. Часть 1. М.: ГБОУ ВПО Первый МГМУ им. И.М.Сеченова, 2015
2	Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия, 1989.
3	Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика (в двух книгах). М.: Высшая школа, 6-е издание, 2014.
4	Харитонов Ю.Я., Григорьева В.Ю. Примеры и задачи по аналитической химии. М.: «ГЭОТАР-Медиа», 2009.
5	Харитонов Ю.Я., Григорьева В.Ю. Аналитическая химия. Практикум. М.: «ГЭОТАР-Медиа», 2009.
6	Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. Аналитическая химия. Качественный химический анализ, физико-химические методы анализа. Практикум. М.: «ГЭОТАР-Медиа», 2012.

8. Интернет ресурсы:

1. Российский химико-аналитический портал <http://www.anchem.ru>
2. Журнал Аналитической химии РАН <https://istina.msu.ru>
3. Журнал Фармация <http://pharm.rusvrach.ru>
4. Химико-фармацевтический журнал chem.folium.ru
5. Журнал Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии bmfc.rusvrach.ru
6. Лекции по курсу Аналитической химии на ЕОП Первого МГМУ им. И.М.Сеченова.
7. <http://elabratory.ru> – Научная электронная библиотека
8. нэб.рф – Национальная электронная библиотека
9. ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/ - база данных pubmed

10. scopus.com – база данных скопус