



ПЛОВДИВСКИ УНИВЕРСИТЕТ "ПАИСИЙ ХИЛЕНДАРСКИ"
ХИМИЧЕСКИ ФАКУЛТЕТ

ПРОГРАМА
ЗА ДЪРЖАВЕН ИЗПИТ

Професионално направление: **Химически науки**
Образователно-квалификационна степен: **Магистър**
СПЕЦИАЛНОСТ: **Хроматографски и спектрален аналитичен контрол**

1. Оптични методи за атомен спектрален анализ – принципи и аналитични характеристики. Атомни спектри - видове спектрални линии. Системи за въвеждане на проби. Въвеждане на течни проби – пулверизация, видове пулверизатори. Въвеждане на газови проби – хидридно генериране. Системи за въвеждане на твърди проби.
2. Източници на спектрално активна форма в атомната спектрометрия (генератори на сигнал). Пламъци и графитови пещи. Статични електрически разряди. Качества и характеристики на динамични плазмени разряди: правотокова капацитивна плазма; микровълнови плазми; индуктивно-свързана плазма. Оптични системи в АС. Предимства и недостатъци на монохроматори, полихроматори и Echelle оптика. Детекторни системи. Системи за аксиално и радиално наблюдение в ICP-OES.
3. Развитие на елементната мас-спектрометрия. Елементен масспектър - особености и спектрални пречещи влияния. Йонизационни източници. Интерфейс и йонна оптика. Видове мас-филтри – квадруполен, магнитен, мас-филтри с висока разделителна способност (HRSF) и мас-спектрометри по време на прелитане (TOFMS). Системи за редуциране на спектрални пречения - студена плазма, колизионни и динамични реакционни клетки. Детекторни системи. Аналитични характеристики, предимства и недостатъци на масспектрометрията с индуктивно свързана плазма (ICP-MS). Изотопен анализ и изотопно отношение.
4. Инфрачервена спектроскопия - фактори, влияещи върху интензитета и положението на ивиците в ИЧ спектрите. Основни честоти на трептене, обертонове и съставни честоти. Регистриране на спектри в условия на пълно вътрешно отражение (ATR). Дифузно-отражателна инфрачервена спектроскопия с Фурие трансформация (DRIFT) – преобразуване на Kubelka-Munk.
5. Раман спектроскопия. Микро-Раман спектроскопия – специфика и съвременни приложения.
6. ^1H ЯМР спектроскопия. Влияние на молекулната структура върху спектралните характеристики. Възможности на метода за разкриване на структурата на химични съединения.
7. Организиране на дейността на изпитвателна лаборатория съгласно изискванията на БДС EN ISO/IEC 17025:2018. Система за управление на качеството. Акредитиране на изпитвателна лаборатория.
8. Осигуряване на метрологична проследимост при химичните измервания. Организация и йерархия на съподчиненост на еталоните към SI система. Подходи за доказване проследимостта на резултат от изпитване.

9. Бюджет на неопределеността на резултатите от химични измервания. Видове неопределеност, начини за количествено оценяване и представяне. Диаграма – „рибена кост”. Конструирание на моделно уравнение. Оценка на влияещите величини. Подобряване на качеството на резултата, по отношение на разширената неопределеност.
10. Валидиране на аналитична процедура в изпитвателна лаборатория. Целеви подбор на аналитични характеристики на процедурата, за доказване на твърдението „годен за целта”. Методика за пълно и частично валидиране и верифициране. Работа със сертифицирани сравнителни материали. Участие в междулабораторни сравнения и тестове за компетентност - оценка на изпълнението.
11. Оценка на ефективността на хроматографското разделяне – уравнение на Ван Деемтер, критерий за разделяне (R_s). Класификация на хроматографските системи, според вида на използваната подвижна фаза и механизма на процеса на разделяне. Съвременни аналитични приложения.
12. Газова хроматография. Индекси на задържане на Ковач. Инжекторни системи – режим на работа split/splitless, инжектори с програмируемо изменение на температурата (PTV). Отворени капилярни колони в газовата хроматография – фактори, оказващи влияние върху капацитета на колоната и ефективността на разделяне. Температурна програма при хроматографското разделяне - изотермичен и градиентен режим на работа. Пламъчно-йонизационен детектор, детектор по топлопроводност (катарометър).
13. Високоэффективна и ултра-високоэффективна течна хроматография (HPLC, UHPLC). Видове помпи, използвани в съвременните хроматографски системи. Фактори, оказващи влияние върху хроматографското разделяне – размер на частиците на неподвижната фаза, режим на изократно/градиентно елуиране. Детекторни системи – UV-VIS и флуоресцентен детектор. Йонна хроматография – съвременни приложения.
14. Възможности и ограничения на хроматографските системи в комбинация с различни масфилтри – единичен и троен квадрупол, TOF, Orbitrap. Характеристики на маспектрометричните детектори - разделителна способност и точност по маси.

Литература

1. Г. Крисчън, Д. О’Рейли, Инструментален Анализ, 1998, Изд. на Софийски университет, София
2. Р. Борисова, Основи на химичния анализ, 2009, Водолей, София
3. Г. Андреев. Молекулна спектроскопия, Изд. ПУ “П. Хилендарски”, Пловдив, 2010 (<http://web.uni-plovdiv.bg/andreev/andreev-ms-2010.pdf>)
4. T. Bruno, J. Robinson, E. Frame, George Frame II, Undergraduate Instrumental Analysis, 8th ed., 2024, CRC press
5. R. Granger II, H. Yochum, J. Granger, K. Sienerth, Instrumental Analysis, 2017, Oxford University Press
6. A. Montaser, Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, 1998, Wiley
7. J. Becker, Inorganic Mass Spectrometry. Principles and Applications, 2007, John Wiley & Sons
8. M. Lee, Mass Spectrometry Handbook, 2012, John Wiley & Sons
9. D. Skoog, F. Holler, S. Crouch, Principles of Instrumental Analysis, 7th ed., 2017, Cengage
10. R. Thomas, Practical Guide to ICP-MS and Other Atomic Spectroscopy Techniques: a Tutorial for Beginners, 4th ed., 2023, CRC press
11. J. Nölte, ICP Emission Spectrometry: A Practical Guide, 2nd Edition, 2021, Wiley VCH
12. БДС СД Ръководство 99 на ISO/IEC: 2014, Международен речник по метрология, Основни и общи понятия и свързани термини (VIM)

13. БДС EN ISO/IEC 17025:2018 Общи изисквания за компетентността на лаборатории за изпитване и калибриране
14. Eurachem/CITAC Guide: Metrological Traceability in Chemical Measurement. A guide to achieving comparable results in chemical measurement, 2nd ed., 2019
15. Eurachem/CITAC Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3rd ed., 2012
16. Eurachem/CITAC Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, 2nd ed., 2014
17. P. Konieczka, J. Namieśnik, Quality Assurance and Quality Control in the Analytical Chemical Laboratory - a Practical Approach, 2nd ed., 2018, CRC press
18. C. Poole, Gas Chromatography, 2nd ed., 2021, Elsevier
19. S. Fanali, B. Chankvetadze, P. Haddad, C. Poole, M-L. Riekkola, Liquid Chromatography: Fundamentals and Instrumentation, 3rd ed., 2023, Elsevier
20. Материали от лекционните курсове по дисциплините „Актуални методи и тенденции в спектралния анализ“, „Аналитични възможности и приложения на съвременната газова хроматография“, „Аналитични възможности и приложения на съвременната течна хроматография“ и „Интелигентни подходи за гарантиране на качеството на химичните изпитвания“