

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»
Химический факультет

УТВЕРЖДАЮ

Декан химического факультета,
акад. РАН, профессор



/В.В. Лунин/

«24» ноября 2017 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)
Современные методы хроматографического анализа

Уровень высшего образования:
Подготовка кадров высшей квалификации

Направление подготовки (специальность):
04.06.01 Химические науки

Направленность (профиль) ОПОП:
Аналитическая химия 02.00.02

Форма обучения:
очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Учебно-методической комиссией факультета
(протокол №6 от 10.11.2017)

Москва 2017

Рабочая программа дисциплины разработана в соответствии с самостоятельно установленным МГУ образовательным стандартом (ОС МГУ) для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки» на основе Образовательного стандарта, самостоятельно установленного МГУ имени М.В.Ломоносова (далее – ОС МГУ), утвержденного Приказом № 552 от 23.06.2014 г. по МГУ с учетом изменений в ОС МГУ, внесенных Приказом №831 по МГУ от 31.08.2015 г.

Год (годы) приема на обучение 2015/2016, 2016/2017, 2017/2018, 2018/2019, 2019/2020

1. Основная задача курса – познакомить слушателей с современным состоянием дел в области хроматографических методов анализа

2. Уровень высшего образования – подготовка научно-педагогических кадров в аспирантуре.

3. Направление подготовки 04.06.01 Химические науки **направленность:** 02.00.02 – Аналитическая химия.

4. Место дисциплины (модуля) в структуре ООП

Вариативная часть ООП, Блок 1 «Дисциплины (модули)». 5 семестр (3 год) обучения аспиранта.

5. Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями выпускников)

Компетенция	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)
СПК-2 Способность планировать и осуществлять химический анализ объектов различной природы (неорганических материалов и исходных продуктов для их получения, органических веществ и материалов, нефтехимической продукции, объектов окружающей среды, пищевых продуктов, природных веществ, лекарственных препаратов) с использованием современных инструментальных методов	Знать современные теоретические представления и концепции современных методов хроматографического анализа Уметь формулировать актуальные теоретические и экспериментальные проблемы в области современных методов хроматографического анализа, определять возможные подходы к их решению на основе фундаментальных знаний Владеть: навыками работы на современном хроматографическом оборудовании

6. Объем дисциплины (модуля) в зачетных единицах с указанием количества академических или астрономических часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающихся:

Объем дисциплины (модуля) составляет 3 зачетных единиц, всего 108 часов, из которых 80 часов составляет контактная работа аспиранта с преподавателем (36 часов - занятия лекционного типа, 36 часов - семинары, 6 часов мероприятия текущего контроля успеваемости, 2 часа мероприятия промежуточной аттестации), 28 часов составляет самостоятельная работа аспиранта.

7. Входные требования для освоения дисциплины (модуля), предварительные условия (если есть).

В специалитете или магистратуре должны быть освоены общие курсы «Аналитическая химия», «Физическая химия».

8. Образовательные технологии (отметить если применяется электронное обучение и дистанционные технологии).

Используются следующие технологии: лекции-демонстрации и интерактивные лекции. Преподавание дисциплин проводится в форме авторских курсов по программам, которые составлены на основе результатов исследований, полученных научными школами МГУ.

9. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических или астрономических часов и виды учебных занятий

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе								
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы						Самостоятельная работа обучающегося, часы		
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости коллоквиумы, практические контрольные занятия и др)*	Всего	из них		
Выполнение домашних заданий	Подготовка рефератов и т.п..							Всего		
Раздел 1. Хроматографические методы	52	22	22	-	4	4	52	-	-	-
Раздел 2. Особенности хроматографического анализа объектов	32	14	14	-	2	2	32	-	-	-
Промежуточная аттестация зачет	24						6			18

Итого	108	36	36	-	6	6	90			18
--------------	------------	----	----	---	---	---	-----------	--	--	-----------

N раз- де- ла	Наименование раздела	Трудоёмкость (академических часов) и содержание занятий			Форма текуще- го контро- ля
		Аудиторная работа		Само- стоятель- ная рабо- та	
		Лекции	Семинары		
1	Хроматографи- ческие методы	№ 1. 2 часа. Введение в хроматографию. Оп- ределение хроматографии. Основные пара- метры хроматограммы. Селективность и эффективность хроматографического раз- деления	№ 1. 2 часа. Теория теоретиче- ских тарелок Размывание хро- матографической зоны и его физические причины.	КР	
		№ 2. 2 часа. Подходы к выбору оптимальных условий анализа. Критерии качества хроматограмм. Разреше- ние как фактор оптимизации хроматогра- фического процесса.	№ 2. 2 часа. Классификация хроматографических методов.		
		№ 3. 2 часа. Газовая хроматография. Вариан- ты метода: газо-адсорбционная и газо- жидкостная хроматография.	№ 3. 2 часа. Высокоэффектив- ная капиллярная газовая хро- матография.		
		№ 4. 2 часа. Аппаратура для газовой хрома- тографии. Системы ввода пробы в набивные и капиллярные колонки	№ 4. 2 часа Примеры использо- вания метода газовой хромото- графии в нефтехимии, эколо- гии.		
		№ 5. 2 часа. Выбор неподвижной фазы в ме- тоде газовой хроматографии. Детекторы в газовой хроматографии, требования к ним. Универсальные и селективные детекторы. Примеры использования. Достоинства и не- достатки.	№ 5. 2 часа. Примеры использо- вания метода газовой хромото- графии в криминалистике и медицине.		
		№ 6. 2 часа. Введение в ионную хроматогра- фию. Основные представления о механизме	№ 6. 2 часа. Роль химии поверх- ности адсорбента и природы		

		ионного обмена. Разделение ионов, основные закономерности.	жидкой подвижной фазы. Силикагель, его структура и химия поверхности.		
		№ 7. 2 часа. Модифицированные силикагели, принципы их получения и свойства. Влияние структуры сорбатов на удерживание.	№ 7. 2 часа. Механизмы удерживания в ионной хроматографии. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения в ионной хроматографии.		
		№ 8. 2 часа. Сорбенты на основе сополимера стирола и дивинилбензола для ионной хроматографии. Ион-эксклюзионная хроматография, неподвижные и подвижные фазы.	№ 8. 2 часа. Специальные приемы для увеличения чувствительности при ионнохроматографическом анализе сверхчистых вод. Фирмы – производители ионных хроматографов, основные типы приборов.		
		№ 9. 2 часа. Наноматериалы в хроматографическом анализе. Особенности строения и специфические свойства наноматериалов.	№ 9. 2 часа. Мицеллярная и микроэмульсионная хроматография. Достоинства и недостатки.		
		№ 10. 2 часа. Примеры использования микроэмульсий в качестве элюентов, для извлечения и концентрирования веществ.	№ 10. 2 часа. Совместимость с видами детектирования, флуоресценция в микроэмульсионных средах.		
		№ 11. 2 часа. Разделение полярных органических веществ гидрофильной хроматографией.	№ 11. 2 часа. Сорбенты для гидрофильной хроматографии.		
		№ 12. 2 часа. Влияние состава подвижной фазы на селективность разделения.	№ 12. 2 часа. Преимущества гидрофильной хроматографии		
		№ 13. 2 часа. Сочетание гидрофильной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием.	№ 13. 2 часа. Особенности строения сорбентов для Ультра-ВЭЖХ. Специфика оборудования (насосы, краны, детекто-		

			ры).		
2	Особенности хроматографического анализа объектов	№ 14. 2 часа. Хроматография в экологии. Современные способы хроматографического определения нормируемых или токсичных веществ в природных водах, почвах.	№ 14. 2 часа. Хроматография в экологии. Современные способы хроматографического определения нормируемых или токсичных веществ в воздухе.		КР
		№ 15. 2 часа. Современные способы хроматографического определения нормируемых или токсичных веществ в пищевых продуктах.	№ 15. 2 часа. Хроматография в медицинской химии. Современные способы хроматографического определения лекарственных препаратов, их метаболитов в организме человека и его биологических жидкостях.		
		№ 16. 2 часа. Хроматография в медицинской химии. Современные способы хроматографического определения биомаркеров в организме человека и его биологических жидкостях.	№ 16. 2 часа. Хроматография в медицинской химии. Современные способы хроматографического определения высокотоксичных веществ в организме человека и его биологических жидкостях.		
		№ 17. 2 часа. Проблемы хроматографического разделения стереоизомеров.	№ 17. 2 часа. Основы хиральной хроматографии.		
		№ 18. 2 часа. Хиральные селекторы в хроматографии и капиллярном электрофорезе.	№ 18. 2 часа. Применение хиральной хроматографии в фармацевтике.		

10. Учебно-методические материалы для самостоятельной работы аспирантов.

11. Ресурсное обеспечение:

- Перечень основной и дополнительной учебной литературы

Основная литература

1. «Прикладной химический анализ. Практическое руководство», под ред. проф. Т.Н. Шеховцовой, проф. О.А. Шпигуна и вед. научн. сотр. М.В. Попика. Издательство Московского университета, 2010, ISBN 978-5-211-05563-6
2. Шаповалова Е.Н. Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа. Методические разработки для специального курса. М.: Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносов, 2010
3. Сакодынский К.И., Бражников В.В., Воков С.А., Зевленский В.Ю., Ганкин Э.С., Шатц В.Д. Аналитическая хроматография. М.: Химия, 1993.
4. Схунмакерс П... Оптимизация селективности в хроматографии. М.: Мир, 1989.
5. Шатц В.Д., Сахартова О.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Рига, Зинатне, 1988.
6. Шпигун О.А., Золотов Ю.А. Ионная хроматография и ее применение в анализе вод. М.: Издательство МГУ, 1980
7. Современное состояние жидкостной хроматографии. / Под ред. Дж. Киркленда. М.: Мир, 1974.
8. Энгельгард Х. Жидкостная хроматография при высоких давлениях. М.: Мир, 1980.
9. Шатц В.Д., Сахартова О.В. Высокоэффективная жидкостная
10. хроматография. Рига: Зинатне, 1988.
11. Шпигун О.А., Золотов Ю.А. Ионная хроматография и ее применение в анализе вод. М.: Изд-во МГУ, 1980.
12. Рудаков О.Б., Востров И.А., Федоров С.В., Филиппов А.А., Селеменев В.Ф., Приданцев А.А. Спутник хроматографиста. Методы жидкостной хроматографии. Воронеж: Водолей, 2004.
13. Научный совет по хроматографии. М.: Наука, 1996.
14. Дерфелль К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994.
15. Катеман Г., Пийперс Ф.В. Контроль качества химического анализа. Челябинск: Metallургия, 1989.

Вспомогательная литература

1. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. В 2-ух томах. М.: Наука, 2003.
2. Комарова Н. В., Каменцев Я. С. Практическое руководство по использованию систем капиллярного электрофореза «КАПЕЛЬ» С-Пб.: ООО «Веда», 2006.
3. Хроматографический анализ окружающей среды. Пер с англ. / Под ред. В.Г. Березкина, М.: Химия, 1979.
4. Количественный анализ хроматографическими методами. Под ред. Кац Э. Москва «Химия» 1980

- Описание материально-технической базы.

Лекционные занятия проводятся в любой аудитории, оснащенной розеткой электропитания, имеется переносной компьютер (ноутбук), мультимедийный проектор, экран.

12. Язык преподавания - русский

13. Авторы курса, лекторы:

Шпигун Олег Алексеевич, чл.-корр. РАН, профессор, д.х.н., shpigun@analyt.chem.msu.ru, +7-495-393-13-82

Пирогов Андрей Владимирович, д.х.н., в.н.с., профессор pirogov@analyt.chem.msu.ru, +7-495-393-35-14

Фонды оценочных средств, необходимые для оценки результатов обучения

1. Планируемые результаты обучения приведены в п.5.

2. Образцы оценочных средств для текущего контроля усвоения материала и промежуточной аттестации — зачета.

Вопросы для подготовки к зачету:

Теоретические основы ВЭЖХ и ее использование. Определение хроматографии. Основные параметры хроматограммы. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Теория теоретических тарелок. Размывание хроматографической зоны и его физические причины. Разрешение как фактор оптимизации хроматографического процесса. Классификация хроматографических методов. Методы оптимизации хроматографического эксперимента. Основные этапы оптимизации хроматографического эксперимента.

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 природы 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.

Аппаратурное оборудование в жидкостной хроматографии. Основные представления о механизме жидкостной хроматографии: роль химии поверхности адсорбента и природы жидкой подвижной фазы. Неподвижные фазы в жидкостной хроматографии. Влияние различных факторов на селективность разделения веществ. Нормально-фазовая, гидрофильная и обращенно-фазовая хроматография ВЭЖХ. Колонки для ВЭЖХ. Детекторы в жидкостной хроматографии. Основные рабочие параметры детектора.

Классификация детекторов. для ВЭЖХ (спектрофотометрический, диодно-матричный, рефрактометрический, флуориметрический и по светорассеянию (ELSD)). Общие правила и особенности эксплуатации детекторов. Вспомогательное оборудование. Важность использования вспомогательного оборудования. Причины и признаки появления неполадок в хроматографической системе.

Пробоподготовка в хроматографическом анализе. Варианты, достоинства и недостатки. Сравнение селективности сорбентов в ВЭЖХ на примере разделения ароматических соединений

Современные варианты жидкостной хроматографии и электромиграционные методы. Разделение полярных органических веществ гидрофильной хроматографией. Сорбенты для гидрофильной хроматографии. Влияние состава подвижной фазы на селективность разделения. Преимущества гидрофильной хроматографии.

Проблемы разделения стереоизомеров. Основы хиральной хроматографии. Хиральные селекторы в хроматографии и капиллярном электрофорезе. Применение хиральной хроматографии в фармацевтике.

Закономерности разделения заряженных частиц. Ионная хроматография, факторы, влияющие на разделение ионов. Сорбенты для ионной хроматографии. Ион-эксклюзионная хроматография, неподвижные и подвижные фазы.

Использование электромиграционных методов для разделения веществ. Основы капиллярного электрофореза и методов электрохроматографии. Факторы, влияющие на скорость миграции и селективность разделения соединений. Детектирование в электромиграционных методах.

Введение в хроматомасс-спектрометрию. Использование масс-спектрометрического детектирования в высокоэффективной жидкостной хроматографии. Основные характеристики и режимы работы масс-спектрометров. Одномерная и тандемная масс-спектрометрия. Варианты ионизации, масс-анализаторы. Хроматограммы по полному ионному току и выделенным ионам. Идентификация веществ по спектру электронной ионизации.

Примеры ПКЗ.

Примеры вопросов для тестового опроса

Выберите один или несколько правильных ответов:

1. Укажите правильное выражение для расчета величины удерживаемого объема

А) $V_R = V_m + DV_s$;

Б) $V_R = t_R \cdot F$;

В) оба выражения правильны

Г) нет правильного ответа

2. В газовой хроматографии к анализируемому веществу предъявляется ряд требований. Какое из перечисленных ниже свойств вещества в них не включено:

А) молекулярная масса меньше 400;

Б) летучесть;

В) невысокая полярность;

Г) термостабильность;

Д) инертность.

3. При использовании какого газа-носителя чувствительность катарометра максимальна? С чем это связано?

А) азота; Б) гелия; В) водорода.

А) с более высокой; Б) более низкой теплопроводностью газа.

4. Какой из указанных источников ионизации характеризуется значительной фрагментацией аналита:

А) МАЛДИ

Б) Электроспрей

В) Химическая ионизация при атмосферном давлении

Г) Электронный удар

5. Укажите наиболее сильный элюент катионной хроматографии

А. 0,1 М HCl

Б. 0,1 М H₂SO₄

В. 0,25 М HCOOH

6. При каком соотношении сигнал/шум обычно регламентируют предел обнаружения

А. 1 к 1

Б. 1 к 3

В. 3 к 1

Г. 10 к 1

Методические материалы для проведения процедур оценивания результатов обучения

Для подготовки ответа аспирант (соискатель ученой степени) использует листы, которые сохраняются после приема зачета в течение года. На каждого соискателя ученой степени заполняется протокол приема зачета по спецкурсу, в который вносятся вопросы, заданные соискателю членами комиссии. Уровень знаний соискателя ученой степени оценивается как «зачет» или «незачет». Протокол приема зачета по спецкурсу подписывается членами комиссии с указанием их ученой степени, ученого звания, занимаемой должности и специальности согласно номенклатуре специальностей научных работников.

Шкала оценивания знаний, умений и навыков является единой для всех дисциплин (приведена в таблице ниже)

ШКАЛА И КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)				
Оценка Результат	2	3	4	5
Знания	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания	Общие, но не структурированные знания	Сформированные систематические знания
Умения	Отсутствие умений	В целом успешное, но не систематическое умение	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение (допускает неточности непринципального характера)	Успешное и систематическое умение
Навыки (владения)	Отсутствие навыков	Наличие отдельных навыков	В целом, сформированные навыки, но не в активной форме	Сформированные навыки, применяемые при решении задач