

Программа утверждена на заседании
Ученого Совета химического факультета
МГУ имени М.В.Ломоносова
Протокол № 11 от 19 декабря 2017 г.

Рабочая программа дисциплины

1. Наименование дисциплины **Современные методы хроматографического 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)

| Формируемые компетенции (код компетенции) | Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю) |
|---|--|
| 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 | В1 (УК-1) Владеть навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях |
| УК-2 способность проектировать и осуществлять комплексные исследования, в том числе междисциплинарные, на основе целостного системного научного мировоззрения с использованием знаний в области истории и философии науки | 31 (УК-2) Знать методы научно-исследовательской деятельности |
| ПК-2 Способность к самостоятельному проведению научно-исследовательской работы и получению научных результатов, удовлетворяющих установленным требованиям к содержанию | 36 (ПК-2) Знать современные теоретические представления и концепции современных методов хроматографического анализа |

| | |
|--|--|
| диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук по направлению (научной специальности) 02.00.02 Аналитическая химия | У6 (ПК-2) Уметь формулировать актуальные теоретические и экспериментальные проблемы в области современных методов хроматографического анализа, определять возможные подходы к их решению на основе фундаментальных знаний |
|--|--|

Оценочные средства для промежуточной аттестации по дисциплине (модулю) приведены в Приложении.

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 90 часов составляет контактная работа аспиранта с преподавателем (36 часов - занятия лекционного типа, 36 часов - семинары, 6 часов мероприятия текущего контроля успеваемости, 6 мероприятия промежуточной аттестации, 6 часов - консультации), 18 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 | | Всего |
| Выполнение домашних заданий | Подготовка рефератов и т.п.. | | | | | | | | | |
| 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 ионного обмена. Разделение ионов, основ- | № 6. 2 часа. Роль химии поверх- ности адсорбента и природы жидкой подвижной фазы. Си- | | |

| | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|
| | | ные закономерности. | ликагель, 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 наноорганизованных сред и материалов. | № 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, детекторы). | | |

| | | | | | |
|---|--|--|---|--|----|
| 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. Полика. 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. Киркланда. 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 для формирования компетенций п.5 и соответствующие им критерии оценивания приведены в Приложении 1.

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 tandemная 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) $V_R = t_R F$;

- 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.

**Оценочные средства для промежуточной аттестации по дисциплине
"Современные методы хроматографического анализа"
на основе карт компетенций выпускников**

| РЕЗУЛЬТАТ ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю) | КРИТЕРИИ и ПОКАЗАТЕЛИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю) (критерии и показатели берутся из соответствующих карт компетенций, при этом используются либо традиционной системой оценивания, либо БРС) | | | | | ОЦЕНОЧНЫЕ СРЕДСТВА (*) |
|--|---|---|---|---|--|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | |
| В1 (УК-1) Владеть навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях | Отсутствие навыков | Фрагментарное применение навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач | В целом успешное, но не систематическое применение навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач | В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы применение навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач | Успешное и систематическое применение навыков анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях | ПКЗ на предмет установления последовательности действий при решении поставленной задачи с учетом знаний и навыков, полученных в курсе |
| 31 (УК-2) Знать методы научно-исследовательской деятельности | Отсутствие знаний | Фрагментарные представления о методах научно-исследовательской деятельности | Неполные представления о методах научно-исследовательской деятельности | Сформированные, но содержащие отдельные пробелы представления о методах научно-исследовательской деятельности | Сформированные систематические представления о методах научно-исследовательской деятельности | Индивидуальное собеседование (зачет по спецкурсу) |
| 36 (ПК-2) Знать современ- | Отсутствие | Фрагментарные представления о | В целом успешные, но не системати- | В целом успешные, но содержащие | Сформированные представления о | Индивидуальное собеседование |

| | | | | | | |
|---|-------------------|--|---|--|--|---|
| ные теоретические представления и концепции хроматографических методов анализа | знаний | современных теоретических представлениях и концепциях хроматографических методов анализа | ческие представления о современных теоретических представлениях и концепциях хроматографических методов анализа | отдельные проблемы, представления о современных теоретических представлениях и концепциях хроматографических методов анализа | современных теоретических представлениях и концепциях хроматографических методов анализа | (зачет по спецкурсу) |
| У6 (ПК-2) Уметь формулировать актуальные теоретические и экспериментальные проблемы в области хроматографических методов анализа, определять возможные подходы к их решению на основе фундаментальных знаний | Отсутствие умений | Испытывает затруднения при формулировке основных тенденций развития хроматографических методов анализа | Допускает многочисленные ошибки при выявлении логической взаимосвязи между полученными фундаментальными знаниями в области хроматографических методов анализа и подходами к решению задач профессиональной деятельности | Допускает отдельные ошибки при выявлении логической взаимосвязи между полученными фундаментальными знаниями в области хроматографических методов анализа и подходами к решению задач профессиональной деятельности | Умеет установить логическую взаимосвязь между полученными фундаментальными знаниями в области хроматографических методов анализа и подходами к решению задач профессиональной деятельности | ПКЗ: установление последовательности действий при решении поставленной задачи (описать алгоритм выполнения действия) |

(*) ПКЗ могут предлагаться в процессе индивидуального собеседования; оценка по ним учитывается как одна из составляющих общей оценки зачета.