

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Владимирский государственный университет  
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»  
(ВлГУ)



Первый проректор, проректор по научной и инновационной работе

В.Г. Прокошев

« 18 / 06 2015 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

«СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ»

Направление подготовки 04.06.01 Химические науки

Направленность (профиль) подготовки «Аналитическая химия»

Уровень высшего образования Подготовка кадров высшей квалификации

Квалификация выпускника «Исследователь. Преподаватель-исследователь»

Форма обучения заочная

Год	Трудоем- кость зач. ед,час.	Лек- ции, час.	Практич. занятия, час.	Лаборат. работы, час.	СРА, час.	Форма промежуточного контроля (экл./зачет)
1						
2	3 (108 ч)	36			72	Зачет
3						
4						
5						
Итого	3 (108 ч)	36			72	Зачет

г. Владимир 20/15 г.

## **1. ЦЕЛИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ**

Целью освоения дисциплины является обучение аспирантов теоретическим и практическим основам современным методам количественного анализа и идентификации веществ.

Задача дисциплины состоит в том, что на основании полученных теоретических знаний аспиранты могли правильно выбирать методы исследования веществ в соответствии с поставленной перед ними проблемой, разработать схему анализа, практически провести его и интерпретировать полученные результаты.

В результате изучения дисциплины обучающийся должен:

- понимать роль современных методов исследования и областей их использования в химическом анализе;
- владеть метрологическими основами анализа;
- иметь представление об особенностях объектов анализа;
- владеть методологией выбора методов анализа, иметь навыки их применения.

## **2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП ВО**

Дисциплина «Современные проблемы химико-аналитического контроля» относится к вариативной части цикла дисциплин по направлению подготовки аспирантов 04.06.01-Химические науки, направленность (профиль) подготовки - Аналитическая химия, информационно и логически связана со следующими дисциплинами:

- аналитическая химия (методы анализа, пробоотбор и пробоподготовка, концентрирование и разделение);
- хроматографические методы анализа
- масс-спектрометрические методы анализа
- валидация методик химического анализа

## **3. КОМПЕТЕНЦИИ ОБУЧАЮЩЕГОСЯ, ФОРМИРУЕМЫЕ В РЕЗУЛЬТАТЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ**

В результате освоения дисциплины обучающийся должен демонстрировать следующие результаты образования:

готовностью участвовать в работе российских и международных исследовательских коллективов по решению научных и научно-образовательных задач (УК-3);

способностью планировать и решать задачи собственного профессионального и личностного развития (УК-5).

способностью самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий (ОПК-1);

готовностью организовать работу исследовательского коллектива в области химии и смежных наук (ОПК-2);

готовностью к преподавательской деятельности по основным образовательным

программам высшего образования (ОПК-3).

#### 4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетные единицы 180 часов.

№ п/п	Раздел (тема) дисциплины	Год обучения	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу аспирантов и трудоемкость (в часах)				Формы текущего контроля успеваемости, форма промежуточной аттестации
			Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	СРА	
1	Проблемы химико-аналитического контроля различных объектов анализа	2	8			10	Тестирование
2	Масс-спектрометрия неорганических и органических веществ	2	20			42	Тестирование
3	Пробоподготовка для различных объектов анализа	2	4			10	Тестирование
4	Современные приборы для анализа	2	4			10	
	<b>ИТОГО:</b>		36			72	Зачет

#### Разделы дисциплины

**Введение.** Современный химико-аналитический контроль реальных объектов и его роль в промышленности, геологии, сельском хозяйстве, медицине. Основные объекты анализа. Аналитический цикл и его основные этапы. Представительная проба, способы ее получения. Факторы, определяющие размер пробы. Отбор пробы твердых, газообразных и жидких веществ. Особенности отбора проб сельскохозяйственных продуктов и других биологических материалов. Транспортировка и хранение проб, способы их консервации. Разложение проб. Выбор способа разложения. "Сухое" и "мокрое" разложение. Сплавление и спекание, последующее растворение как способ перевода пробы в растворимое состояние. Интенсификация процессов разложения объектов различной природы. Использование для разложения высоко агрессивных реагентов, повышенных температур и давления. Автоклавы, преимущества их использования.

Ускоренное разложение под действием ультразвукового и микроволнового полей. Способы интенсивного разложения органических веществ (катализ, фотолиз, плазменная деструкция). Унификация подготовки проб объектов различной природы.

Роль химического анализа в решении проблем окружающей среды. Аналитическое обеспечение системы экологического мониторинга. Предельно допустимые концентрации. Приоритетные загрязняющие вещества. Суперэкоотоксиканты.

**Проблемы и особенности анализа вод.** Классификация вод. Основные аналитические проблемы. Пробоотбор и хранение проб. Определение обобщенных физических и химических показателей, определяющих качество воды: прозрачности, мутности, цветности, водородного показателя, окислительно-восстановительного потенциала, щелочности, растворенного кислорода, окисляемости, химического и биохимического потребления кислорода (ХПК и БПК). Биотестирование как способ оценки качества вод.

Определение индивидуальных неорганических компонентов вод: хлоридов, фторидов, нитритов, нитратов, фосфатов, серосодержащих анионов, ионов аммония, щелочных и щелочно-земельных металлов. Определение жесткости воды. Определение свободного хлора.

Формы существования тяжелых металлов и радионуклидов в водах. Определение тяжелых металлов и радионуклидов. Способы концентрирования тяжелых металлов и радионуклидов из вод. Природные органические вещества вод. Общая оценка содержания органических веществ: определение органического углерода, азота, фосфора.

Основные классы загрязняющих органических веществ: поверхностно-активные вещества, фенолы, нефтепродукты, полиароматические углеводороды, азот-, серо- и фосфорсодержащие пестициды, хлорорганические соединения (хлорсодержащие пестициды, полихлорированные бифенилы, полихлордибензофураны, полихлорди-бензо-п-диоксины). Источники попадания, устойчивость в окружающей среде, токсичность, методы извлечения, концентрирования, разделения и определения.

**Проблемы и особенности анализа воздуха.** Основные проблемы анализа городского воздуха, воздуха рабочей зоны, промышленных и транспортных выбросов. Способы и методы отбора проб воздуха. Артефакты, возникающие в процессе пробоотбора.

Химический состав воздуха. Определение неорганических компонентов воздуха природного и техногенного происхождения: озона, оксидов углерода, азота, серы, аммиака, сероводорода.

Определение органических соединений: алифатических и ароматических углеводородов, карбонильных и хлорорганических соединений, фенолов, спиртов, эфиров, металлоорганических соединений, меркаптанов, алифатических аминов. Анализ газовых выбросов автотранспорта.

Аэрозоли: образование в атмосфере, роль в переносе нелетучих загрязняющих веществ, особенности пробоотбора и анализа. Автоматизация анализа воздуха. Основные типы газоанализаторов. Дистанционные методы анализа.

**Проблемы и особенности анализа почв и донных отложений.** Особенности почвы как объекта окружающей среды. Пробоотбор. Химический состав почв. Гумусовые вещества: строение, реакционная способность, функции в окружающей среде.

Задачи аналитического контроля. Определение обобщенных показателей: емкости катионного обмена, кислотности, окислительно-восстановительного потенциала, содержания легкорастворимых солей, биологической активности.

Определение неорганических компонентов. Элементный и молекулярный анализ. Пробоподготовка. Анализ водной вытяжки на содержание нитратов, нитритов, хлоридов, сульфатов, щелочных и щелочно-земельных металлов. Определение тяжелых металлов: валового содержания и подвижных форм.

Определение органических компонентов. Элементный анализ: определение органического углерода и органического азота. Определение токсичных веществ: пестицидов, нефтепродуктов, полиароматических углеводородов, хлорорганических соединений. Методы извлечения и концентрирования загрязняющих органических веществ.

**Проблемы и особенности анализа пищевых и сельскохозяйственных продуктов.** Основные аналитические проблемы. Химические вещества пищи: собственные минеральные и органические вещества, пищевые добавки, чужеродные вещества. Методы их извлечения, концентрирования, разделения.

Определение компонентов, определяющих пищевую ценность продукта: белков, жиров, углеводов, витаминов, аминокислот и других органических кислот.

Оценка безопасности пищевых продуктов: определение токсичных металлов (ртути, мышьяка, свинца, кадмия, олова, меди и др.), нитратов, нитритов, пестицидов, антибиотиков, консервантов, пищевых добавок, нитрозоаминов, микотоксинов и др.

Анализ биологических материалов. Требования к отбору, транспортировка и хранение биомасс. Анализ биологических материалов на содержание лекарственных препаратов, токсичных и одурманивающих веществ. Способы извлечения и концентрирования токсикантов. Тест-методы.

**Проблемы и особенности анализа геологических объектов.** Выбор схемы анализа, определяемой природой объекта. Рудные полезные ископаемые: железные, титаномагнититовые и марганцевые руды. Способы разложения в зависимости от содержания железа и кремния. Определение железа, алюминия, марганца, примесей титана, ванадия, никеля, меди, хрома. Определение компонентов вмещающей породы.

Полиметаллические руды. Схемы анализа при определении основных компонентов (меди, цинка, железа, свинца, кадмия) и микропримесей (серы, мышьяка и марганца). Особенности анализа руд хрома, никеля, кобальта, ртути, олова и сурьмы. Способы отделения хрома, ртути, олова и сурьмы при определении микрокомпонентов в рудах. Анализ геологических материалов, содержащих редкоземельные элементы. Способы выделения, концентрирования и определения РЗЭ.

Анализ нерудных полезных ископаемых: силикатных и карбонатных пород. Определение характера породы и основных компонентов:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{MnO}$ , различных форм воды. Силикатный анализ. Физические и физико-химические методы анализа пород.

**Определение экотоксикантов в объектах окружающей среды.** Объекты эколого-аналитического контроля. Нормируемые и ненормируемые органические загрязнители. Источники поступления экотоксикантов в окружающую среду. Основные требования к надежному и экономически эффективному эколого-аналитическому контролю. Общепринятый подход к эколого-аналитическому контролю. Методология установления ПДК. Распределение нормируемых соединений в соответствии с ПДК.

Основные методы анализа объектов эколого-аналитического контроля на содержание органических токсикантов: капиллярная газовая хроматография с универсальными и селективными детекторами, хромато-масс-спектрометрия, высокоэффективная жидкостная и тонкослойная хроматография, сверхкритическая флюидная хроматография.

Основные методы выделения и концентрирования органических соединений из различных сред (вода, почва, донные осадки, пищевые продукты, биологические объекты,

воздух и др.). Газовая экстракция и анализ паровой фазы. Жидкостная экстракция. Сорбционное концентрирование. Сверхкритическая флюидная экстракция. Их достоинства и ограничения. Гель-хроматография как метод увеличения селективности и сокращения времени пробоподготовки при анализе сложных матриц. Сочетание различных видов хроматографии и развитие методов высокоселективной пробоподготовки и высокочувствительного и высокоселективного определения нормируемых экотоксикантов.

Применение различных видов хроматографии. Использование индексов удерживания, отношения сигналов детекторов и масс-селективного детектирования.

Анализ смеси без разделения. Регистрация ИК, масс-спектров и ЯМР-спектров смеси. Разделение смеси на компоненты с использованием различных вариантов хроматографии с элемент-селективным, масс-селективным и универсальным детектированием. Применение многомерной и реакционной хроматографии, а также реакционной хромато-масс-спектрометрии. Сочетание различных видов хроматографии и масс-спектрометрии с ионизацией в широком диапазоне давлений в источнике ионов. Определение молекулярных масс и молекулярных формул компонентов. Сопоставление молекулярных масс и молекулярных формул компонентов. Сопоставление масс-спектров, полученных при ионизации ЭУ, с библиотекой масс-спектров. Отнесение к определенным классам на основании реакционной хромато-масс-спектрометрии и химической ионизации в широком диапазоне давлений.

Тандемная масс-спектрометрия. Установление структуры на основании масс-спектров, ИК-спектров и данных реакционной хроматографии и масс-спектрометрии. Встречный синтез и сопоставление спектров полученных и предполагаемых соединений.

Установление молекулярной формулы и особенностей строения на основании масс-спектров, ИК и ЯМР спектров. Установление вероятной структуры на основании сопоставления расчетных ИК спектров, соответствующих вероятным структурам с экспериментально полученными ИК спектрами неизвестных соединений.

Необходимость сокращения времени анализа. Химическое и биохимическое потребление кислорода. (ХПК и БПК). Достоинства и ограничения методов. Инструментальное определение суммарного содержания органических соединений в воде. Сопоставление с ХПК и БПК.

Экспрессное определение суммарного содержания всех нормируемых и ненормируемых галогид-, серо-, фосфор- и азотсодержащих соединений в различных средах.

## **5. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ**

При изучении теоретического курса используются методы ИТ - применение компьютеров для доступа к интернет-ресурсам, использование обучающих программ для расширения информационного поля, обеспечения удобства преобразования и структурирования информации для трансформации её в знание.

Преподнесение теоретического материала осуществляется с помощью электронных средств обучения при непосредственном прочтении данного материала лектором.

## **6. ОЦЕНОЧНЫЕ СРЕДСТВА ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ УСПЕВАЕМОСТИ, ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ИТОГАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ**

### **ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ**

1. Масс- спектрометрия, основы метода
2. Масс-спектрометрия в анализе неорганических веществ, особенности
3. ИСП-МС
4. Масс-спектрометрия в анализе органических веществ
5. Детекторы в масс-спектрометрии- времяпролетный, орбитар, квадрупольный.
6. Способы ионизации веществ в масс-спектрометрии, устройства для ионизации
7. Хроматографические методы и хромато-масс-спектрометрия
8. Тандемные методы – хроматография – масс-спектрометрия
9. Пробоподготовка в анализе конкретных объектов, особенности
10. Современное состояние методов аналитической химии конкретных объектов

## **7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ**

### **ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ**

#### **Литература**

1. Основы аналитической химии. В 2-х кн. /Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высш. шк., 2005.
2. М. Отто. Современные методы аналитической химии. В 2 томах. 2004. Изд-во: Техносфера.
3. П. Садек. Растворители для ВЭЖХ. 2006, Изд-во: Бином. Лаборатория знаний
4. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества количественного анализа М.: Химия, 2001. - 263 с.
5. Кельнер Р., Мерме Ж. и др. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Том 1 М: Мир, - АСТ, 2004. - 608 с.

#### Дополнительная

Herbert G., Johnstone A.W. Mass spectrometry basics, CRC PRESS, 2003, -473 p.  
Кельнер Р., Мерме Ж. и др. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Том 2 М: Мир, АСТ, 2004. - 768 с.  
Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. - М.: Химия, 1984. – 320 с

## **8. МАТЕРИАЛЬНО ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ**

Использование мультимедийных средств

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО (уровень подготовки кадров высшей квалификации) по направлению 04.06.01 Химические науки и направленности (профилю) подготовки Аналитическая химия

Рабочую программу составил д.х.н., проф. Амелин В.Г.



Рецензент, к.х.н. Большаков Д.С.



Программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры химии протокол № 9 от 20.06. года 2016

Заведующий кафедрой



Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании учебно-методической комиссии направления 04.06.01 Химические науки

Протокол № 10 от 20.06.16 года

Председатель комиссии



(ФИО, подпись)

Программа переутверждена:

на \_\_\_\_\_ учебный год. Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года.

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Программа переутверждена:

на \_\_\_\_\_ учебный год. Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года.

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Программа переутверждена:

на \_\_\_\_\_ учебный год. Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года.