

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

Б1.В.ДВ.12 «СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ 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 очная

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

г. Владимир 2015 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	
	ИТОГО:		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, титаномагнетитовые 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: SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , FeO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O , P_2O_5 , 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 галонд-, 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

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, orbitrap, 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

Основная

1. Золотов, Ю. А. Основы аналитической химии. В 2-х томах. [Электронный ресурс]/ Ю.А. Золотов. – М.: Высш. шкл., 2005.- 361, 340 С.
2. Отто, М. Современные методы аналитической химии. В 2-х томах [Электронный ресурс]/ М. Отто. – М.: изд. Техносфера. 2004. – 544 С.
3. Садек, П. Растворители для ВЭЖХ [Электронный ресурс]/ П. Садек. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2006.
4. Дворник, В.И. Метрология и обеспечение качества количественного анализа [Текст]/ В.И. Дворник. – М.: Химия, 2001. - 263 С.

Дополнительная

1. Herbert, G. Mass spectrometry basics/ G. Herbert, A.W. Johnstone.// CRC PRESS, 2003, - 473 P.
2. Кельнер, Р. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Том 1. [Текст]/ Р. Кельнер, Ж. Мерме и др. – М.: Мир, АСТ, 2004. – 608 С.
3. Кельнер, Р. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Том 2. [Текст]/ Р. Кельнер, Ж. Мерме и др. – М.: Мир, АСТ, 2004. – 768 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 20.06.16 года.

Заведующий кафедрой 

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

Протокол № 10 от 20.06.2016 года

Председатель комиссии 
(ФИО, подпись)

Программа переутверждена:

на 2019/2020 учебный год. Протокол заседания кафедры № 11 от 03.07.2019 года.

Заведующий кафедрой 

Программа переутверждена:

на 2020/2021 учебный год. Протокол заседания кафедры № 11 от 26.06.2020 года.

Заведующий кафедрой 

Программа переутверждена:

на 2021/2022 учебный год. Протокол заседания кафедры № 2 от 08.09.2021 года.

