


МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное
Образовательное учреждение высшего образования
«Астраханский государственный университет имени В.Н. Татищева»
(Астраханский государственный университет им. В.Н. Татищева)

СОГЛАСОВАНО
Руководитель ОПОП


Ю.А. Очередко
«24» января 2025 г.

УТВЕРЖДАЮ
Заведующий кафедрой
фундаментальной и прикладной
химии


Джигола Л.А.
«24» января 2025 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
«ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СПЕКТРАЛЬНЫХ МЕТОДОВ»

Составитель	Абдурахманова Н.М., к.х.н., доцент
Направление подготовки / специальность	04.03.01 «ХИМИЯ»
Направленность (профиль) ОПОП	
Квалификация (степень)	бакалавр
Форма обучения	Очная
Год приема	2023
Курс	3
Семестр	5

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1. Целью освоения дисциплины «Теоретические основы хроматографических методов» является формирование у студентов теоретических представлений о спектральных методах исследования.

1.2. Задачи освоения дисциплины: ознакомление студентов с практическими навыками спектральных методов исследования.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП

2.1. Учебная дисциплина «Теоретические основы спектральных методов» относится к части, формируемой участниками образовательных отношений и осваивается в 5 семестре.

2.2. Для изучения данной учебной дисциплины необходимы следующие знания, умения, навыки, формируемые предшествующими учебными дисциплинами:

- аналитической химии,
- неорганической химии,

Знания: достоинства спектральных методов, сочетающих определение строения органических соединений и пробоподготовку, и области их применения; теоретические основы УФ-, ЯМР-спектроскопии и масс-спектрометрии, классификацию физико-химических методов.

Умения: проводить рашифровку спектров, определять первичные параметры удерживания, рассчитывать характеристики разделения, эффективности и селективности; проводить идентификацию веществ по индексам удерживания и корреляционным зависимостям; осуществлять расчет результатов количественного анализа по экспериментальным данным с использованием методов нормализации, внутреннего и внешнего стандарта и абсолютной калибровки.

Навыки: техники безопасности при выполнении работ в лаборатории, регистрации и обработки результатов, методологией выбора метода спектрального анализа в зависимости от аналитических задач и объекта анализа.

2.3. Последующие учебные дисциплины, для которых необходимы знания, умения и навыки, формируемые данной учебной дисциплиной:

- современные методы химического анализа (практическое использование методов для анализа биологических объектов);
- биоорганическая химия (анализ природных веществ);
- метрология, стандартизация и сертификация в нефтехимии (умения и навыки в области метрологии, стандартизации и сертификации).

Дисциплина встраивается в структуру ОПОП ВО как с точки зрения преемственности содержания, так и с точки зрения непрерывности процесса формирования компетенций выпускника.

3. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Процесс освоения дисциплины направлен на формирование элементов следующей компетенции в соответствии с ФГОС ВО и ОПОП ВО по данному направлению подготовки/специальности:

в) профессиональные:

ПК-1. Способен проводить сбор, анализ и обработку информации, необходимой для решения задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации;

Таблица 1 - Декомпозиция результатов обучения

Код и наименование компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине		
	Знать (1)	Уметь (2)	Владеть (3)
ПК-1 Способен проводить сбор, анализ и обработку информации, необходимой для решения задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации	ИПК-1.1.1 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР; ИПК-1.1.2 Осуществляет контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции	ИПК-1.2.1 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР; ИПК-1.2.2 Проводит паспортизацию веществ и материалов ИПК-1.2.3 Умеет пользоваться химической посудой, реактивами, химическим оборудованием с соблюдением правил техники безопасности.	ИПК-1.3.1 Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР; ИПК-1.3.2 Выполняет стандартные операции при работе на высокотехнологичном химическом оборудовании ИПК-1.3.3 Владеет новыми методиками контроля сырья, прекурсоров и готовой продукции

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Объем дисциплины (модуля) составляет 2 зачетные единицы, в том числе 54 часа, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (из них 18 часов – лекционные занятия, 36 часов – практические занятия), и 54 часа – на самостоятельную работу обучающихся.

Лабораторные занятия способствуют закреплению знаний полученных студентами в ходе обучения и самостоятельной работы, формированию компетенций, навыков в получении информации, приобретению умений провести ее обработку и анализ, овладению навыками планирования, анализа и управления. Общее требование при разработке тематики лабораторных таково - этот вид аудиторных занятий должен научить студента правильно оценить и предвидеть развитие ситуации, управлять ее формированием, владению методами анализа. На занятиях проводится отработка практических умений под контролем преподавателя. В конце каждого лабораторного занятия преподаватель планирует 6-7 минут для подведения итогов. Он обращает внимание на то, как освоен учебный материал по теме в целом, анализирует типичные ошибки и недоработки студентов, акцентирует их внимание на значимость темы.

Таблица 2 - Структура и содержание дисциплины

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Семестр	Контактная работа (в часах)			Самост. работа		Форма текущего контроля успеваемости, форма промежуточной аттестации [по семестрам]
		Л	ПЗ	ЛР	КР	СР	
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	5	2	4			5	Собеседование

Тема 2. Колебательная спектроскопия.	5	4	6			10	Собеседование
Тема 3. Радиоспектроскопия. Метод ЭПР.	5	4	6			10	Собеседование
Тема 4. Радиоспектроскопия. Метод ЯМР	5	4	6			10	Собеседование
Тема 5. Масс-спектрометрия	5	2	8			14	Собеседование
Тема 6. Электронная спектроскопия.	5	2	6			5	Собеседование
Итого		18	36			54	Зачет

Таблица 3 - Матрица соотношения разделов, тем учебной дисциплины и формируемых компетенций

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Кол-во часов	Код компетенции	Общее количество компетенций
		ПК-1	
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	11	+	1
Тема 2. Колебательная спектроскопия.	20	+	1
Тема 3. Радиоспектроскопия. Метод ЭПР.	20	+	1
Тема 4. Радиоспектроскопия. Метод ЯМР	20	+	1
Тема 5. Масс-спектрометрия	24	+	1
Тема 6. Электронная спектроскопия.	13	+	1
Итого	108		

Краткое содержание каждой темы дисциплины.

Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.

Сущность спектральных методов анализа. История его возникновения и развития. Современное состояние метода, области применения, значение среди других аналитических методов. Классификация спектрометрических методов. Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.

Тема 2. Колебательная спектроскопия.

Проявление колебательных переходов в спектрах инфракрасного (ИК) поглощения и комбинационного рассеяния (КР), правила отбора. Валентные и деформационные колебания, характеристические частоты, применение ИК и КР-спектроскопии в химических исследованиях. Электронно-колебательное взаимодействие, эффект Яна-Теллера. Влияние электронно-колебательного взаимодействия на запрещенные оптические переходы. Вращательная спектроскопия. Связь ядерного спина и вращения. Вращательные уровни энергии и волновые функции для различных типов молекул. Определение структуры молекул из вращательных спектров. Колебательно-вращательное взаимодействие, диаграммы Фортра. Связь ядерного спина и вращения молекул.

Тема 3. Радиоспектроскопия. Метод ЭПР.

Условия магнитного резонанса, устройство радиоспектрометров. Классическая и квантовая интерпретации резонанса. Интенсивность линий, времена релаксации. Насыщение линий. Спин-гамильтониан, константы сверхтонкого взаимодействия (СТВ). Число линий и соотношение интенсивностей в спектрах электронного парамагнитного резонанса (ЭПР), построение спектров ЭПР. Механизмы появления сверхтонкого расщепления в спектрах ЭПР. Дипольный и контактный механизмы СТВ, С-Н-фрагмент, расчет констант СТВ с помощью метода МОХ, расщепление на б-протонах, сверхсопряжение, отрицательные спиновые плотности. Проявление движений радикалов и химических реакций в спектрах ЭПР. Ширина линий ЭПР и анализ движений и химических превращений свободных радикалов. Уравнения Блоха и уравнения Мак-Коннела. Обмен по двум положениям, медленный и быстрый обмены. Определение скорости обмена из спектров ЭПР. Обмен по многим положениям. Усреднение анизотропных взаимодействий в спектрах ЭПР. Анизотропия СТВ и g-фактора. Форма линии в твердых растворах, усреднение анизотропии в жидкости. Метод электронного спинового эха, химическая поляризация электронов, лазерный магнитный резонанс.

Тема 4. Радиоспектроскопия. Метод ЯМР.

ЯМР спектроскопия, общие закономерности этого метода. Химический сдвиг, константа экранирования, атомная и молекулярная составляющие константы экранирования. Тонкая структура спектров ЯМР. Природа расщеплений в спектрах ЯМР. Спин-спиновое взаимодействие, спектра А-В системы, число компонент и соотношение интенсивностей линий в случае слабого и сильного спин-спинового взаимодействия. Связь констант спин-спинового взаимодействия со строением молекул. Проявление химического обмена в спектрах ЯМР, слияние линий при быстром обмене. Спектры ЯМР свободных радикалов. Проявление водородных связей в спектрах ЯМР. Двойной ядерно-ядерный резонанс, химическая поляризация ядер. Спектры NOESY, COESY.

Тема 5. Масс-спектрометрия.

Система ввода образца. Хроматомасс-спектрометрия. Жидкостная хроматография-масс-спектрометрия. Физические основы процесса масс-спектрометрического распада. Электронный удар или электронная ионизация. Физические основы масс-спектрометрического распада. Метастабильные ионы. Полуколичественная теория масс-спектрометрического распада. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Правило Стивенсона-Одье. Правила распада четноэлектронных ионов. Правило степеней свободы. Прочность химических связей. Структурные и стереохимические факторы. *Орто*-Эффект. Концепция локализации заряда и неспаренного электрона. Фрагментация, удаленная от места локализации заряда. Практические основы интерпретации масс-спектров. Молекулярный ион. Определение элементного состава ионов на основании изотопных пиков. Азотное правило. Определение содержания изотопа C^{13} в природных образцах. Расчет изотопной чистоты соединений. Фрагментные ионы. Гомологические серии ионов. Выбросы простейших нейтральных частиц. Наиболее интенсивные пики в спектре. Библиотеки масс-спектров. Использование для интерпретации дополнительной масс-спектральной информации. Схема фрагментации. Альтернативные методы ионизации образца. Ионизация фотонами. Химическая ионизация отрицательных ионов. Полевая ионизация. Полевая десорбция. Плазменная десорбционная масс-спектрометрия. Бомбардировка быстрыми атомами, вторичная масс-спектрометрия. Разделение и регистрация ионов. Магнитный секторный масс-спектрометр. Электростатический анализатор. Двухфокусный секторный масс-спектрометр. Масс-спектрометрия высокого разрешения. Масс-спектрометрия с преобразованиями Фурье. Квадрупольный анализатор. Ионная ловушка. Времяпролетный

анализатор. Детектирование ионов. Tandemная масс-спектрометрия. Активация ионов. Активация соударением или диссоциация, индуцированная столкновениями. Фотодиссоциация. Поверхностно-индуцированная диссоциация. Анализаторы ионов в tandemной масс-спектрометрии. Магнитные секторные приборы. Ионная ловушка. Масс-спектрометрия с преобразованиями Фурье. Приборы продленной и гибридной геометрии. Инверсия заряда. Основные направления фрагментации важнейших классов органических соединений. Количественный масс-спектрометрический анализ. Масс-хроматография. Установление количества соединения в образце по площади хроматографического пика. Метод внешнего стандарта. Метод внутреннего стандарта. Метод добавок. Метод изотопного разбавления.

Тема 6. Электронная спектроскопия.

Классификация электронных переходов. Интенсивность и положение полос поглощения. Колебательная структура электронных переходов, принцип Франка-Кондона. Связь спектров поглощения и люминесценции. Время жизни и квантовый выход люминесценции, внутренняя и интеркомбинационная конверсия. Основные законы люминесценции. Флуоресценция и фосфоресценция. Люминесценция. Поляризация в спектрах поглощения и люминесценции, формула Левшина-Перрена. Механизмы тушения люминесценции, уравнение Штерма-Фольмера. Перенос энергии по дипольному и обменному механизмам. Лазеры, лазерная спектроскопия. Предиссоциация и её типы. Спектрополяриметрия, оптический круговой дихроизм, эффект Фарадея. Колебательные функции, использование теории групп для определения колебательных состояний. Колебания многоатомных молекул, нормальные колебания, частоты колебаний. Типы колебательных переходов, фундаментальные переходы. Классификация нормальных колебаний с помощью теории групп.

5. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПРЕПОДАВАНИЮ И ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

5.1. Указания для преподавателей по организации и проведению учебных занятий по дисциплине (модулю).

Преподаватель должен активно непосредственно участвовать в учебном процессе и проводить подготовку к нему. Необходимость постоянной подготовки к лекциям, семинарским и практическим занятиям обусловлена потребностью отражать современные подходы, взгляды, данные по темам и разделам. Проводя подготовку к учебному процессу необходимо изучать современные методические рекомендации, результаты научных исследований, новые технологии и т.д. При реализации различных видов учебной работы преподаватель должен использовать образовательные технологии: создание интерактивных презентаций, обучающие компьютерные программы, технологии развития мышления (эффективная лекция, таблицы, работа в группах и т.д.)

В ходе подготовки лекции преподаватель должен разрабатывать план лекции, в котором должен определить те основные материалы, которые слушатели должны понять и записать. Содержание лекции должно быть организованным и четким, что делает усвоение материала доступным. Содержание лекции должно отвечать следующим требованиям: изложение материала от простого к сложному; от известного к неизвестному; логичность, четкость и ясность в изложении материала; возможность проблемного изложения; дискуссии и диалога в конце лекции с целью активизации деятельности слушателей; опора смысловой части лекции на подлинные факты, события, явления, статистические данные; тесная связь теоретических положений и выводов с практикой и профессиональной деятельностью. В ходе лекционного занятия преподаватель должен четко озвучить тему, представить план, кратко изложить цель, учебные вопросы. Раскрывая содержание учебных вопросов, акцентировать внимание на основных кате-

гориях, явлениях и процессах, особенностях их протекания. Следует также раскрывать сущность и содержание различных точек зрения и научных подходов к объяснению тех или иных явлений и процессов. При изложении лекционного материала следует аргументировано обосновать собственную позицию по спорным теоретическим вопросам, приводя примеры, раскрывать положительный отечественный и зарубежный опыт. По ходу изложения, возможно, задавать риторические вопросы и самому давать на них ответ. Преподаватель в целом не должен отвлекаться от излагаемого материала лекции. Преподаватель должен руководить работой слушателей по конспектированию лекционного материала, подчеркивать необходимость отражения в конспектах основных положений изучаемой темы. Используемый во время лекции наглядный материал – слайды, таблицы, схемы, иллюстрации помогает вести конспекты и улучшает темп предложения материала лекций. В заключительной части лекции необходимо сформулировать общие выводы по теме, раскрывающие содержание всех вопросов, поставленных в лекции. Для закрепления материала, подготовки к семинарским и практическим занятиям и выполнения самостоятельной работы необходимо рекомендовать литературу, основную и дополнительную, в том числе учебно-методические материалы, а также электронные источники (интернет-ресурсы).

Проведение собеседования со студентами является составной частью данной дисциплины. Цель проведения собеседования состоит в формировании у студентов навыков самостоятельного изучения учебной литературы, определение уровня подготовки студентов. при выполнении заданий. На собеседовании студент обязан продемонстрировать свободное владение материалом по изучаемой дисциплине.

5.2. Указания для обучающихся по освоению дисциплины.

Таблица 4 - Содержание самостоятельной работы обучающихся

Темы/вопросы, выносимые на самостоятельное изучение	Кол-во часов	Формы работы
Тема 1. Классификация хроматографических методов по режиму хроматографирования, агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат – сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз. Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.	5	Подготовка к собеседованию
Тема 2. Принципиальная схема хроматографа. Выбор условий хроматографического определения. Качественный и количественный анализ в хроматографии. Подходы к идентификации веществ: использование индексов удерживания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов. Измерение высот и площадей пиков.	10	Подготовка к собеседованию
Тема 3. Основные характеристики некоторых зарубежных и отечественных хроматографов. Системы автоматизации анализа. Применение микроЭВМ и компьютеров для управления работой хроматографа и обработки хроматографической информации.	10	Подготовка к собеседованию
Тема 4. Области применения ионной хроматографии. Примеры применения при анализе смесей неорганических и органических анионов и катионов. Эксклюзионная хроматография (гель-хроматография). Сущность метода. Гидрофильные и гидрофобные гели. Особенности механизма удерживания молекул. Области применения гель-хроматографии.	10	Подготовка к собеседованию
Тема 5. Примеры практического применения для аналитических целей, сравнение с газовой хроматографией и ВЭЖХ.	14	Подготовка к собеседованию
Тема 6. Электрофоретическая подвижность ионов и влияющие на нее факторы. Аппаратура. Детекторы. Области применения электросепарационных методов. Сравнение их с ВЭЖХ.	5	Подготовка к собеседованию

5.3. Виды и формы письменных работ, предусмотренных при освоении дисциплины, выполняемые обучающимися самостоятельно.

Проведение собеседования со студентами является составной частью данной дисциплины. Цель проведения собеседования состоит в формировании у студентов навыков самостоятельного изучения учебной литературы, определение уровня подготовки студентов при выполнении заданий. На собеседовании студент обязан продемонстрировать свободное владение материалом по изучаемой дисциплине.

Темы собеседований по дисциплине «Теоретические основы спектральных методов» выбираются студентами в течение месяца и обсуждаются с преподавателем.

Тема 1. Классификация хроматографических методов по режиму хроматографирования, агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат – сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз. Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.

1. Проявление движений радикалов и химических реакций в спектрах ЭПР. Ширина линий ЭПР и анализ движений и химических превращений свободных радикалов. Уравнения Блоха и уравнения Мак-Коннела.
2. Обмен по двум положениям, медленный и быстрый обмены. Определение скорости обмена из спектров ЭПР. Обмен по многим положениям. Усреднение анизотропных взаимодействий в спектрах ЭПР.
3. Анизотропия СТВ и g-фактора. Форма линии в твердых растворах, усреднение анизотропии в жидкости. Метод электронного спинового эха, химическая поляризация электронов, лазерный магнитный резонанс.

Тема 2. Принципиальная схема хроматографа. Выбор условий хроматографического определения. Качественный и количественный анализ в хроматографии. Подходы к идентификации веществ: использование индексов удерживания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов. Измерение высот и площадей пиков.

1. ЯМР спектроскопия, общие закономерности этого метода. Химический сдвиг, константа экранирования, атомная и молекулярная составляющие константы экранирования. 13. Тонкая структура спектров ЯМР. Природа расщеплений в спектрах ЯМР. Спин-спиновое взаимодействие, спектра А-В системы, число компонент и соотношение интенсивностей линий в случае слабого и сильного спин-спинового взаимодействия.
2. Связь констант спин-спинового взаимодействия со строением молекул. Проявление химического обмена в спектрах ЯМР, слияние линий при быстром обмене.
6. Спектры ЯМР свободных радикалов. Проявление водородных связей в спектрах ЯМР. Двойной ядерно-ядерный резонанс, химическая поляризация ядер. Спектры NOESY, COESY.

Тема 3. Основные характеристики некоторых зарубежных и отечественных хроматографов. Системы автоматизации анализа. Применение микроЭВМ и компьютеров для управления работой хроматографа и обработки хроматографической информации.

1. Система ввода образца. Хроматомасс-спектрометрия.
2. Жидкостная хроматография-масс-спектрометрия.
3. Физические основы процесса масс-спектрометрического распада.
4. Электронный удар или электронная ионизация.
5. Физические основы масс-спектрометрического распада.
6. Метастабильные ионы.
7. Полуколичественная теория масс-спектрометрического распада.

Тема 4. Области применения ионной хроматографии. Примеры применения при анализе смесей неорганических и органических анионов и катионов. Эксклюзионная хроматография (гель-хроматография). Сущность метода. Гидрофильные и гидрофобные гели. Особенности механизма удерживания молекул. Области применения гель-хроматографии.

1. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала.

2. Правило Стивенсона-Одье.

3. Правила распада четноэлектронных ионов.

Тема 5. Примеры практического применения для аналитических целей, сравнение с газовой хроматографией и ВЭЖХ.

Тема 6. Электрофоретическая подвижность ионов и влияющие на нее факторы. Аппаратура. Детекторы. Области применения электросепарационных методов. Сравнение их с ВЭЖХ.

1. Правило степеней свободы.

2. Прочность химических связей.

3. Структурные и стереохимические факторы.

4. Орто-Эффект.

5. Концепция локализации заряда и неспаренного электрона.

Перечень вопросов к зачету

1. Определение хроматографии. Какие особенности хроматографии позволяют достичь лучшего разделения веществ с близкими свойствами по сравнению с другими методами разделения.

2. Как классифицируют хроматографические методы по агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат-сорбент, по принципу разделения, технике выполнения, целям и режиму хроматографирования?

3. Объясните смысл терминов "сорбция", "адсорбция", "абсорбция". Изобразите основные типы изотерм распределения. Что понимают под выражением "область Генри"?

4. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с коэффициентом распределения и изотермой сорбции.

5. Объясните, что такое "идеализированный хроматографический пик" и "идеализированный хроматографический процесс", равновесная и неравновесная хроматография. Физические причины размывания хроматографической зоны.

6. Изложите основные положения теории теоретических тарелок. Достоинства и недостатки концепции теоретических тарелок.

7. Диффузионно-массообменная теория. Роль и виды диффузии в хроматографическом процессе.

8. Уравнение Ван-Деемтера. Проанализируйте зависимость высоты теоретической тарелки от скорости газа-носителя. Особенности уравнения Ван-Деемтера для капиллярных колонок.

9. Выбор условий хроматографического разделения на основе теоретических представлений.

10. Укажите причины несимметричного размывания хроматографических пиков. Как их избежать?

11. Первичные характеристики хроматограмм. Хроматографическое удерживание и способы его выражения и определения. Исправленные параметры удерживания.

12. Коэффициент распределения, коэффициент емкости, фазовое отношение, их определение и взаимосвязь. Объясните содержание понятий.

13. Эффективность разделения и селективность хроматографического процесса. Их количественные характеристики.
14. Разрешение хроматографических пиков и его зависимость от хроматографических параметров.
15. Что такое индексы удерживания? Какие системы индексов удерживания используют в газовой хроматографии?
16. Методы расчета индексов Ковача для изотермических условий хроматографического анализа и программированного нагрева.
17. Число разделений, величина разрешения, их взаимосвязь и связь с индексами удерживания Ковача.
18. Возможности и ограничения в использовании метода газовой хроматографии.
19. Назовите основные узлы газового хроматографа. Перечислите требования, предъявляемые к системе ввода пробы. Особенности ввода проб газов, жидкостей и твердых веществ.
20. Сформулируйте принципы детектирования в ГХ и назовите основные типы детекторов. Их чего исходят при выборе детектора?
21. В чем состоит различие в действии интегральных и дифференциальных, концентрационных и потоковых детекторов? Охарактеризуйте зависимость величины и формы сигнала от концентрации и типа детектора.
22. Дайте характеристику следующих свойств детекторов: чувствительность, граничная чувствительность, инерционность, линейный динамический диапазон, селективность.
23. Объясните принцип действия, устройство и возможности катарометра.
24. Ионизационные детекторы (ДИП, термоионный детектор (ДИИ)). Принцип действия, устройство и характеристики.
25. Принцип действия, устройство и особенности детектора электронного захвата.
26. Газ-носитель в газовой хроматографии и требования к нему.
27. Газоадсорбционная хроматография и ее аналитические возможности. Сущность и особенности физико-химических процессов в ГАХ. Основные типы адсорбентов и требования к ним. Области применения ГАХ.
28. В чем состоит различие механизма разделения в методах ГАХ и ГЖХ? Сравните возможности, преимущества и недостатки этих методов.
29. Особенности метода ГЖХ. Механизм распределения в ГЖХ. Область применения ГЖХ.
30. Твердые носители, требования к ним. Основные типы носителей, модифицирование носителей.
31. Неподвижные жидкие фазы для ГЖХ, требования к ним. Классификация НЖФ. Селективность. Связь селективности с термодинамическими характеристиками подвижной и неподвижной фаз. Выбор НЖФ.
32. Преимущества капиллярной газовой хроматографии. Влияние параметров опыта на эффективность разделения в капиллярной хроматографии.
33. Реакционная газовая хроматография. Варианты метода. В чем преимущества и недостатки реакционной газовой хроматографии?
34. Аналитические возможности сверхкритической флюидной хроматографии.
35. Типовые задачи качественного хроматографического анализа и пути их решения. Источники погрешностей при измерении параметров удерживания.
36. Хроматограмма как источник сведений о количественном составе анализируемой смеси. Выбор и измерение основных параметров хроматографических пиков.
37. Условия применения и особенности количественного анализа методами внутренней нормализации, абсолютной калибровки, внутреннего стандарта и стандартной добавки.
38. Причины случайных и систематических погрешностей количественного анализа в газовой хроматографии.

6. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ И ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки/специальности реализация компетентностного подхода предусматривает использование в учебном процессе активных и интерактивных форм проведения занятий в объеме 2 ч. (из них 2 ч – круглый стол) в сочетании с внеаудиторной работой с целью формирования и развития требуемых компетенций обучающихся.

6.1. Образовательные технологии

Таблица 5 – Образовательные технологии, используемые при реализации учебных занятий

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Форма учебного занятия		
	Лекция	Практическое занятие, семинар	Лабораторная работа
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	Обзорная лекция	Тематические дискуссии	Не предусмотрено
Тема 2. Колебательная спектроскопия.	Лекция-презентация	Тематические дискуссии	Не предусмотрено
Тема 3. Радиоспектроскопия. Метод ЭПР.	Лекция-презентация	Тематические дискуссии	Не предусмотрено
Тема 4. Радиоспектроскопия. Метод ЯМР	Лекция-презентация	Тематические дискуссии	Не предусмотрено
Тема 5. Масс-спектрометрия	Лекция-презентация	Тематические дискуссии	Не предусмотрено
Тема 6. Электронная спектроскопия.	Лекция - презентация	Тематические дискуссии	Не предусмотрено

6.2. Информационные технологии

Информационные технологии, используемые при реализации различных видов учебной и внеучебной работы:

- использование возможностей интернета в учебном процессе (рассылка заданий, предоставление выполненных работ, ответы на вопросы, ознакомление обучающихся с оценками и т. д.);
- использование электронных учебников и различных сайтов (например, электронных библиотек, журналов и т. д.) как источников информации;
- использование возможностей электронной почты преподавателя;
- использование средств представления учебной информации (электронных учебных пособий и практикумов, применение новых технологий для проведения очных (традиционных) лекций и семинаров с использованием презентаций и т. д.);

– использование интегрированных образовательных сред, где главной составляющей являются не только применяемые технологии, но и содержательная часть, т. е. информационные ресурсы (доступ к мировым информационным ресурсам, на базе которых строится учебный процесс);

– использование виртуальной обучающей среды (LMS Moodle «Электронное образование») или иных информационных систем, сервисов и мессенджеров.

6.3. Программное обеспечение, современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы.

6.3.1. Программное обеспечение

Наименование программного обеспечения	Назначение
Adobe Reader	Программа для просмотра электронных документов
Платформа дистанционного обучения LMS Moodle	Виртуальная обучающая среда
Mozilla FireFox	Браузер
Microsoft Office 2013, Microsoft Office Project 2013, Microsoft Office Visio 2013	Пакет офисных программ
7-zip	Архиватор
Microsoft Windows 7 Professional	Операционная система
Kaspersky Endpoint Security	Средство антивирусной защиты
Google Chrome	Браузер
Notepad++	Текстовый редактор
OpenOffice	Пакет офисных программ
Opera	Браузер

6.3.2. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

Электронная библиотека «Астраханский государственный университет» собственной генерации на платформе ЭБС «Электронный Читальный зал – БиблиоТех»

<https://biblio.asu-edu.ru>

Учётная запись образовательного портала АГУ

Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента»

Многопрофильный образовательный ресурс «Консультант студента» является электронной библиотечной системой, предоставляющей доступ через Интернет к учебной литературе и дополнительным материалам, приобретённым на основании прямых договоров с правообладателями. Каталог содержит более 15 000 наименований изданий.

www.studentlibrary.ru

Регистрация с компьютеров АГУ

7. ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

7.1. Паспорт фонда оценочных средств.

При проведении текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине «Теоретические основы хроматографических методов» проверяется сформированность у обучающихся компетенций, указанных в разделе 3 настоящей программы. Этапность формирования данных компетенций в процессе освоения образовательной программы определяется последовательным освоением дисциплин и прохождением практик, а в процессе освоения дисциплины – последовательным достижением результатов освоения содержательно связанных между собой разделов, тем.

Таблица 6 - Соответствие разделов, тем дисциплины, результатов обучения по дисциплине и оценочных средств

Контролируемый раздел, тема дисциплины	Код контролируемой компетенции	Наименование оценочного средства
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	ПК-1	Собеседование
Тема 2. Колебательная спектроскопия.	ПК-1	Собеседование
Тема 3. Радиоспектроскопия. Метод ЭПР.	ПК-1	Собеседование
Тема 4. Радиоспектроскопия. Метод ЯМР	ПК-1	Собеседование
Тема 5. Масс-спектрометрия	ПК-1	Собеседование
Тема 6. Электронная спектроскопия.	ПК-1	Собеседование

7.2. Описание показателей и критериев оценивания компетенций, описание шкал оценивания

Таблица 7 - Показатели оценивания результатов обучения в виде знаний

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	- демонстрирует глубокое знание теоретического материала, умение обоснованно излагать свои мысли по обсуждаемым вопросам, способность полно, правильно и аргументированно отвечать на вопросы, приводить примеры;
4 «хорошо»	- демонстрирует знание теоретического материала, его последовательное изложение, способность приводить примеры, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя;
3 «удовлетворительно»	- демонстрирует неполное, фрагментарное знание теоретического материала, требующее наводящих вопросов преподавателя, допускает существенные ошибки в его изложении, затрудняется в приведении примеров и формулировке выводов;
2 «неудовлетворительно»	- демонстрирует существенные пробелы в знании теоретического материала, не способен его изложить и ответить на наводящие вопросы преподавателя, не может привести примеры.

Таблица 8 - Показатели оценивания результатов обучения в виде умений и владений

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при

«отлично»	выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы
4 «хорошо»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует отдельные, несистематизированные навыки, неспособен применить знание теоретического материала при выполнении заданий, испытывает затруднения и допускает ошибки при выполнении заданий, выполняет задание при подсказке преподавателя, затрудняется в формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	не способен правильно выполнить задание

7.3. Контрольные задания и иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения по дисциплине (модулю).

Комплект заданий для проведения собеседования по темам учебной дисциплины
«Теоретические основы спектральных методов анализа»

Тема 1. «Введение. Основные понятия и классификации»

1. Сущность хроматографического метода анализа.
2. Современное состояние метода, области применения, значение среди других аналитических методов.
3. Классификация хроматографических методов по режиму хроматографирования, агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат – сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз.
4. Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.

Тема 2. «Колебательная спектроскопия»

1. Параметры удерживания. Время удерживания. Мертвое время. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания. Коэффициент распределения. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Основное уравнение хроматографирования.
2. Принципиальная схема хроматографа. Выбор условий хроматографического определения. Качественный и количественный анализ в хроматографии.
3. Подходы к идентификации веществ: использование индексов удерживания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов. Измерение высот и площадей пиков. Графическое, автоматическое измерение и расчет площади пиков разного вида.
4. Методы количественного анализа: внутренней нормализации, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта, метод добавок. Достоинства и недостатки методов, границы их применения. Источники ошибок, воспроизводимость результатов измерений.

Тема 3. «Радиоспектроскопия. Метод ЭПР.»

1. Общая характеристика метода. Теоретические основы метода. Аналитические возможности газо-адсорбционной (ГАХ) и газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ).

2. Аппаратура для газовой хроматографии. Устройства ввода проб в колонку. Хроматографические колонки. Насадочные колонки и их заполнение. Подготовка (кондиционирование) колонок. Капиллярные колонки и материалы для их изготовления. Термостаты. Блоки подготовки газов. Газы-носители.
3. Газо-жидкостная хроматография (ГЖХ). Механизм разделения веществ в ГЖХ. Требования к неподвижной жидкой фазе.
4. Классификация неподвижных фаз по полярности. Влияние природы и количества неподвижной жидкой на эффективность разделения. Методы нанесения неподвижной жидкости на твердый носитель.

Тема 4. «Радиоспектроскопия. Метод ЯМР»

1. Методы и аппаратные особенности жидкостной хроматографии. Круг определяемых веществ. Классический вариант (низкого давления) и высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Аналитические характеристики ВЭЖХ.
2. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Системы ввода элюента и анализируемой пробы. Подготовка растворителей.
3. Требования к чистоте растворителей. Подготовка пробы. Насосы, колонки. Детекторы и их выбор: фотометрические, флуориметрические, рефрактометрические, электрохимические. Особенности идентификации компонентов сложной смеси в ВЭЖХ. Отечественные и зарубежные жидкостные хроматографы.
4. Применение в анализе органических и неорганических соединений. Ионообменная хроматография. Основные представления о механизме ионного обмена. Ионообменное равновесие.

Тема 5. «Масс-спектрометрия»

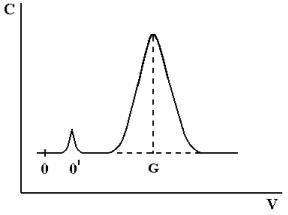
1. Сущность метода. Флюид как элюент, его основные свойства (плотность, вязкость, коэффициент диффузии), достоинства и недостатки.
2. Вещества, применяемые в качестве подвижной фазы. Особенности проведения процесса и требования к аппаратному оформлению.
3. Колонки и детекторы, применяемые в СФХ. Примеры практического применения для аналитических целей, сравнение с газовой хроматографией и ВЭЖХ.

Тема 6. «Электронная спектроскопия»

1. Несорбционные хроматографические методы. Основные принципы вариантов электросепарационных методов (капиллярный зонный электрофорез, капиллярный изотахофорез, капиллярный гель-электрофорез, капиллярное изоэлектрофокусирование, мицеллярная электрокинетическая хроматография и капиллярная электрохроматография).
2. Физико-химические основы методов.
3. Электроосмотический поток (ЭОП). Факторы, влияющие на направление и скорость ЭОП. Электрофоретическая подвижность ионов и влияющие на нее факторы.
4. Аппаратура. Детекторы. Области применения электросепарационных методов. Сравнение их с ВЭЖХ.

Таблица 9 - Примеры оценочных средств с ключами правильных ответов

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
ПК-1 Способен проводить сбор, анализ и обработку информации, необходимой для решения задач химической направленности, поставленных специалистом более				

высокой квалификации				
1.	Задания открытого типа	<p>Напишите развернутый ответ: как называется кривая изображенная на рисунке? Условия ее детектирования?</p> 	<p>Если поток газа-носителя, содержащий десорбированное вещество, проходит через чувствительный элемент прибора, фиксирующего мгновенное изменение концентрации вещества в газе (детектор), то на записывающем устройстве этого прибора получается кривая, называемая хроматографическим пиком или кривой элюирования.</p>	2
2		<p>Дайте определение следующему понятию: время удерживания и какие составляющие в него входят?</p>	<p>Время от момента ввода анализируемой пробы до регистрации максимума пика называют <i>временем удерживания</i> (элюирования) t_R. (отрезок OG на графике). Время удерживания складывается из двух составляющих – времени пребывания вещества в подвижной и неподвижной фазах</p>	2
3		<p>Одна из основных задач газовой хроматографии состоит в том, чтобы получить хорошее разделение. Для оценки хроматографического разделения компонентов пользуются тремя группами критериев. Назовите компоненты первой группы критериев.</p>	<p>степень разделения α_{21} критерий селективности жидкой фазы K_C</p>	1
4		<p>Продолжите фразу: Если растворимость пробы выше в неподвижной фазе, то ...</p>	<p>время удерживания компонентов значительно возрастает</p>	2
5		<p>Продолжите предложение: Если растворимость пробы выше в подвижной фазе, то ...</p>	<p>время удерживания может быть близким к времени удерживания несорбируемого компонента</p>	2
<p>ПК-1 Способен проводить сбор, анализ и обработку информации, необходимой для решения задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации</p>				

1	Задания закрытого типа	<p>Длина участка колонки, на которой достигается состояние равновесия между концентрацией вещества в подвижной и неподвижной фазах, называется:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. высотой, эквивалентной теоретической тарелке 2. высотой вихревой диффузии 3. высотой Ван-Деемтера 	1	1
2		<p>В каких случаях вихревая диффузия уменьшается:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. частицы твердого сорбента имеют одинаковые размеры и правильную форму 2. колонка плотно упакована 3. уменьшение толщины слоя жидкости на твердом носителе 	1, 2	2
3		<p>Какие тонкодисперсные пористые материалы в качестве адсорбентов применяют в жидкостной колоночной хроматографии:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. SiO₂ 2. Al₂O₃ 3. Толуол 4. бензол 	1, 2	1
4		<p>В каких случаях используют метод нормировки с поправочным коэффициентом:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. чувствительность детектора различна по отношению к разделяемым компонентам смеси 2. вещества, взятые в одинаковом 	1	1

		<p>количестве, дают одну и ту же площадь пика, независимо от их строения</p> <p>3. экспериментальное определение зависимости высоты или площади пика от концентрации вещества</p>		
5		<p>Какое преимущество газа-носителя в колонках без наполнителя по сравнению с заполненными пористыми материалами в трубках с той же величиной сечения:</p> <p>1. неподвижная фаза фиксирована на внутренней стенке капилляра в виде гомогенной жидкой пленки</p> <p>2. распределение скоростей в потоке вязкой среды в трубке круглого сечения имеет параболический характер</p> <p>3. сопровождается меньшими энергетическими потерями</p>	3	2
	Задание комбинированного типа	<p>Какими тремя группами пользуются для разделения компонентов в хроматографическом анализе.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Зависит от природы компонента 2. Эффективность хроматографической колонки 3. Различие в адсорбируемости и или растворимости 	<p>1,2,3</p> <p>Для оценки хроматографического разделения компонентов используются три группы критериев:</p> <p>Первая группа критериев зависит от природы сорбента и сорбата, от температуры колонки и характеризует качество разделения в зависимости от различия адсорбируемости или растворимости разделяемых веществ. К критериям этой группы относятся степень разделения α_1 и критерий селективности жидкой фазы КС.</p> <p>Вторая группа критериев</p>	5

		<p>веществ</p> <p>4. Летучесть органических растворителей</p> <p>5. Дайте характеристику всем трем методам</p>	<p>ев характеризует эффективность хроматографической колонки и выражается числом теоретических тарелок или высотой, эквивалентной теоретической тарелке.</p> <p>Третья группа критериев учитывает как различие в адсорбируемости или растворимости, так и размывание хроматографических полос. Это так называемые обобщённые критерии.</p>	
--	--	--	--	--

7.4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности

Таблица 10 – Технологическая карта рейтинговых баллов по дисциплине (модулю)

№ п/п	Контролируемые мероприятия	Количество мероприятий / баллы	Максимальное количество баллов	Срок представления
Основной блок				
1.	Выполнение тестовых заданий	4 / 9	36	по расписанию
2.	Собеседование	6 / 9	54	по расписанию
Всего			90	
Блок бонусов				
3.	Посещение занятий	-	2	
4.	Активность на занятии	-	8	
Всего			10	
ИТОГО			100	

Таблица 11 – Система штрафов (для одного занятия)

Показатель	Балл
Опоздание на занятие	5
Нарушение учебной дисциплины	10
Неготовность к занятию	10
Пропуск занятия без уважительной причины	20

Таблица 12 – Шкала перевода рейтинговых баллов в итоговую оценку за семестр по дисциплине (модулю)

Сумма баллов	Оценка по 4-балльной шкале	
90-100	5 (отлично)	Зачтено
85-89	4 (хорошо)	
75-84		
70-74		
65-69	3 (удовлетворительно)	
60-64		

8. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

8.1. Основная литература:

Нанокремний: свойства, получение, применение, методы исследования и контроля [Электронный ресурс] / Ищенко А.А., Фетисов Г.В., Асланов Л.А. - 2-е издание, исправленное. - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2011. Режим доступа:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785922113694.html>

8.2. Дополнительная литература:

Технология полимеров медико-биологического назначения. Полимеры природного происхождения [Электронный ресурс]: учебное пособие / М. И. Штильман - 2-е изд. (эл.). - М.: БИНОМ, 2016. Режим доступа:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785932081983.html>

Химия биологически активных веществ и жизненных процессов [Электронный ресурс]: учебное пособие / Антина Е.В. - Иваново : Иван. гос. хим.-технол. ун-т., 2015. Режим доступа: http://www.studentlibrary.ru/book/ghu_023.html

8.3. Интернет-ресурсы, необходимые для освоения дисциплины (модуля)

Электронная библиотека «Астраханский государственный университет» собственной генерации на платформе ЭБС «Электронный Читальный зал – БиблиоТех».<https://biblio.asu.edu.ru>

Учетная запись образовательного портала АГУ

Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента». Многопрофильный образовательный ресурс «Консультант студента» является электронной библиотечной системой, предоставляющей доступ через сеть Интернет к учебной литературе и дополнительным материалам, приобретенным на основании прямых договоров с правообладателями. Каталог в настоящее время содержит около 15000 наименований.

www.studentlibrary.ru. *Регистрация с компьютеров АГУ*

9. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Рабочая программа дисциплины (модуля) при необходимости может быть адаптирована для обучения (в том числе с применением дистанционных образовательных технологий) лиц с ограниченными возможностями здоровья, инвалидов. Для этого требуется заявление обучающихся, являющихся лицами с ограниченными возможностями здоровья, инвалидами, или их законными представителями и рекомендации психолого-медико-педагогической комиссии. Для инвалидов содержание рабочей программы дисциплины (модуля) может определяться также в соответствии с индивидуальной программой реабилитации инвалида (при наличии)

Материально-техническое обеспечение учебной дисциплины включает в себя лекционную аудиторию с проектором и компьютером, аудиторию для проведения семинарских занятий, Проведение семинарских занятий сопряжено с применением компьютеров для выполнения поисковой работы и работе в информационных системах.