

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:
И.о. декана
А. С. Князев

Рабочая программа дисциплины

Высокоэффективная жидкостная хроматография в органической химии

по направлению подготовки

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

Фундаментальная и прикладная химия веществ и материалов

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2023

СОГЛАСОВАНО:
Руководитель ОП
А.С. Князев

Председатель УМК
Л.Н. Мишенина

Томск – 2023

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ПК-1 Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских и/или производственных задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

ПК-3 Способен к решению профессиональных производственных задач.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИПК 1.1 Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий

ИПК 1.2 Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов

ИПК 1.3 Использует современное физико-химическое оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках, применяя взаимодополняющие методы исследования. Проводит поиск, анализирует и обобщает результаты патентного поиска по тематике исследовательской работы

ИПК 3.1 Анализирует имеющиеся нормативные документы по системам стандартизации, разработки и производству химической продукции и предлагает технические средства для решения поставленных задач

ИПК 3.2 Производит оценку применимости стандартных и/или предложенных в результате НИР технологических решений на применимость с учетом специфики изучаемых процессов

2. Задачи освоения дисциплины

– Освоить вариант хроматографического разделения органических соединений в жидкой фазе с использованием инструментального метода жидкостной хроматографии.

– Ознакомиться с основами принципов разделения соединений в растворе, сорбентами для такого разделения, механизмами межмолекулярных взаимодействий, на основе которых построено разделение смесей соединений, аппаратным оформлением и разновидностями методов жидкостной хроматографии.

– Получить базовые знания по проектированию приемов разделения смесей соединений в жидкостной хроматографии и их модификации, с целью оптимизации и повышения эффективности процесса.

3. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к Блоку 1 «Дисциплины (модули)».

Дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, предлагается обучающимся на выбор. Дисциплина входит в модуль Дисциплины (модули) по выбору 1(ДВ.1).

4. Семестр(ы) освоения и форма(ы) промежуточной аттестации по дисциплине

Третий семестр, зачет

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: обязательной части профессионального блока (аналитическая, органическая, физическая химия), а также дисциплинами обязательной части общепрофессионального блока (физика, строение вещества).

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 з.е., 108 часов, из которых:

-лекции: 12 ч.

-практические занятия: 20 ч.

в том числе практическая подготовка: 20 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины, структурированное по темам

Тема 1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ (ЖХ).
Виды взаимодействий в системах сорбент-жидкая фаза-органические соединения. Параметры хроматографического разделения- высота теоретической тарелки, объемная и линейная скорости потока. Параметры удерживания и форма пиков в ЖХ. Строение сорбентов- материал, форма, пористость, химическая модификация поверхности сорбентов. Влияние формы и размера зерна сорбента, на эффективность разделения в ЖХ. Варианты жидкостной хроматографии по количеству разделяемых соединений за анализ- микроаналитическая, аналитическая, полупрепаративная, препаративная и крупномасштабная. Виды ЖХ- низкого и среднего давления, высокоэффективная ЖХ (ВЭЖХ).

Тема 2. АППАРАТУРА ЖХ. Схема установки для ЖХ и ее основные компоненты. Насосы для ЖХ. Перистальтические, поршневые и диафрагменные насосы и их характеристики и назначение. Демпферы и их назначение. Колонки для ЖХ. Материалы и формы колонок для ЖХ. Инжекторы и аппликаторы для ввода проб. Детекторы для ЖХ. УФ- одно- и многоволновые, рефрактометры, диодно-матричные спектрофотометры. Системы регистрации. Самописцы аналогового сигнала и интегрирующие цифровые регистраторы. Компьютерная обработка результатов. Автоматизированные системы для ЖХ, автодозаторы и коллекторы фракций.

Тема 3. ВАРИАНТЫ ЖХ в зависимости от вида взаимодействия «сорбент-растворенное вещество».
Обращенно-фазовая ВЭЖХ и ее принципы. Строение сорбентов, виды подвижных фаз и их влияние на разделительную способность. Классы органических соединений, разделяемых в обращенно- фазовой ЖХ.
Ионообменная ЖХ и принципы разделения. Строение сорбентов, виды подвижных фаз и их влияние на разделительную способность. Параметры колонок для ИО ЖХ. Классы органических соединений, разделяемых в ионообменной ЖХ.
Ситовая ЖХ (гель-хроматография, эксклюзионная хроматография, гель-фильтрация). Сорбенты и принципы разделения.
ЖХ гидрофобных взаимодействий.
Аффинная ЖХ.

Тема 4. МЕТОДЫ ЖХ.

Примеры систем для разделения различных классов органических соединений. Анализы загрязнений в окружающей среде (ОС). Анализы сырья, продуктов и полупродуктов нефтехимических, фармацевтических производств. Высокотемпературная ВЭЖХ полимеров (полиэтилен, полипропилен).

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, проведения контрольных работ, тестов по лекционному материалу и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Зачет в третьем семестре проводится в письменной форме по бумажным билетам, либо по тесту, сформированному в LMS Moodle из 10-15 вопросов. Экзаменационный билет состоит из 10 вопросов, имеющих 5 вариантов ответов на выбор (только один правильный), проверяющих ИПК-1.1, 1.2, 1.3, 3.1, 3.2. Продолжительность экзамена 0,5 часа.

Примерный перечень теоретических вопросов:

1. Расположите в ряд по увеличению элюирующей способности на гидроксилорированном силикагеле:

а) CCl_4 ; б) вода; в) метанол; г) гептан; д) хлороформ; е) изопропанол.

А) а, в, д, е, г, б;

Б) г, а, д, е, в, б;

В) а, б, в, д, е, г;

Г) б, в, е, д, а, г;

Д) б, г, е, д, в, а.

2. Выберите сорбент, который не используется в ВЭЖХ-МС:

А) LiChrosorb CN

Б) LiChrosorb RP-8

С) LiChrospher Si 100

Д) LiChrospher Si 1000

Е) LiChrospher SCX

3. Какое зернение сорбента наиболее применимо в микроаналитической ВЭЖХ:

А) 2-3 мкм;

Б) 3-10;

В) 7-10;

Г) 10-40;

Д) 20-40.

4. Потенциал между форсункой и входом в масс-анализатор интерфейса ESI обычно составляет:

А) 3-5 В;

Б) 4-6 мВ;

В) 30-60 В;

Г) 300-500 В;

Д) 3-6 кВ.

5. Какой диапазон рН является приемлемым для работы с силикагелевым сорбентом:

А) 1-14;

Б) 3-7,5;

В) 3-9;

Г) 2-12;

Д) 4-9.

6. Какой детектор используется для анализа аминокислот в ВЭЖХ системе:

А) кондуктометр;

- Б) масс-спектральный;
- В) рефрактометр;
- Г) электрохимический;
- Д) флуориметр.

7. Какие скорости расходов элюента характерны для колонок ВЭЖХ диаметром 4.6 см, упакованных сорбентами 5-10 мкм:

- А) 0,5-1 мл/мин;
- Б) 0,5 - 1 мкл/мин;
- В) 100-300 мкл/мин;
- Г) 5-10 мкл/мин;
- Д) 5-10 мл/мин;

8. Если m/z двузаряженного иона равна $=712$, то молекулярная масса соединения составляет ... (а.е.м):

- А) 356;
- Б) 711;
- В) 710;
- Г) 1424;
- Д) 1422;

9. Какие соединения регистрируются хуже всего УФ фотометром:

- А) алкилбензолы;
- Б) углеводы;
- В) флавоноиды;
- Г) $NAD^+/NADH$;
- Д) нуклеотиды;

10. Рефрактометр в качестве детектора нельзя применять для анализа:

- А) углеводов с градиентом;
- Б) ароматических соединений;
- В) полипропилена;
- Г) декстранов;
- Д) полистирола;

Результаты экзамена определяются количеством правильных ответов, на основании которых преподавателю рекомендуются оценки «Зачтено» (число правильных ответов входит в ТОП 65% оценок, полученных студентами потока), «Не зачтено» (низшие 34% результатов).

Итоговая оценка выставляется преподавателем практики с учетом рекомендуемой оценки по итогам экзамена (вес 0.3) и результатов работы студента в семестре (вес 0.7).

11. Учебно-методическое обеспечение

а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle»: <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=22095>

б) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.

в) План семинарских / практических занятий по дисциплине.

г) Методические указания по проведению лабораторных работ.

д) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

а) основная литература:

- Стыскин Е. Л., Ициксон Л. Б., Брауде Е. В. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография. М.: Химия, 1986, – 287 с.
- Высокоэффективная жидкостная хроматография в биохимии/Бауэр Г., Энгельгард Х., Хеншен А. и др.; Перевод с англ. А. П. Сеницына; Под ред. И. В. Березина. М.: Мир, 1988. – 687 с.

б) дополнительная литература:

- Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза/Ю. Бёккер; пер. с нем. В. С. Куровой; под ред. А. А. Курганова. М.: Техносфера, 2009. – 470 с.
- Практическое руководство по жидкостной хроматографии/К. С. Сычев; под ред. А. А. Курганова. М.: Техносфера, 2010. – 270 с.

в) ресурсы сети Интернет:

- Методы совершенствования хроматографических систем и механизмы удерживания в ВЭЖХ Электронный ресурс : монография / Сычев С. Н.
URL:<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000393667/000393667.djvu>
- Высокоэффективная жидкостная хроматография : Основы теории. Методология. Применение в лекарственной химии / В. Д. Шатц, О. В. Сахартова.
URL:<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000059875/000059875.djvu>
- Основы ВЭЖХ –URL: <http://www.lcresources.com/training/trbeqts.html>
- Стыскин Е. Л., Ициксон Л. Б., Брауде Е. В. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография. М.: Химия, 1986, – 287 с. URL:
<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000084550/000084550.pdf>
- <http://accent.tsu.ru> – система тестового контроля остаточных знаний.

Перечень информационных технологий

а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

- Microsoft Office Standard 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office OneNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);
- публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

- Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ –
<http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system>
- Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ –
<http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>
- ЭБС Лань – <http://e.lanbook.com/>
- ЭБС Консультант студента – <http://www.studentlibrary.ru/>
- Образовательная платформа Юрайт – <https://urait.ru/>
- ЭБС ZNANIUM.com – <https://znanium.com/>
- ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

14. Материально-техническое обеспечение

- лекционная аудитория, оснащенная мультимедийным оборудованием для демонстрации презентаций, слайдов и компьютерной анимации (аудитория № 311 6-го учебного корпуса ТГУ). В аудитории имеется интерактивная доска;
- лабораторная аудитория (№ 324, 6-го учебного корпуса ТГУ)

- лаборатория органического синтеза (№ 323, 6-го учебного корпуса ТГУ)
- лаборатория ТГУ (№ 307, 6-го учебного корпуса ТГУ)
- лаборатория Химической Экологии (№ 306, 6-го учебного корпуса ТГУ).

Все лаборатории оснащены вытяжными шкафами, стеклянной и фарфоровой лабораторной посудой, измерительным инструментом (весы, термометры, рН-метры, УФ-спектрофотометр и т.д.). Кроме того, в лабораториях имеется нагревательное оборудование (электроплитки и термостатирующие шкафы), оборудование для фильтрации под вакуумом и роторные испарители, встряхиватели, мешалки с магнитным приводом и другое оборудование.

Учебный процесс по дисциплине «Высокоэффективная жидкостная хроматография в органической химии» поддерживается самым современным оборудованием для работы с органическими соединениями, и включает:

- систему ВЭЖХ-МС
- аналитическую систему FPLC;
- препаративную систему FPLC;
- систему капиллярного электрофореза;
- систему парофазного ГЖХ-анализа

Аудитории для проведения занятий лекционного и семинарского типа индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации в смешенном формате («Актру»).

15. Информация о разработчиках

Хасанов Виктор Вазикович, канд. хим. наук, доцент, кафедра органической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.