

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Санкт-Петербургский государственный химико-фармацевтический университет»
Министерства здравоохранения Российской Федерации

Факультет промышленной технологии лекарств

Кафедра аналитической химии

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Б1.В.18 ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ И СМЕЖНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Направление подготовки: 04.03.01 Химия

Профиль подготовки: Физико-химические методы анализа в производстве и контроле качества лекарственных средств

Формы обучения: очная

Квалификация (степень) выпускника: Бакалавр

Год набора: 2023

Срок получения образования: 4 года

Объем: в зачетных единицах: 11 з.е.
в академических часах: 396 ак.ч.

Разработчики:

Доцент кафедры аналитической химии, кандидат химических наук Никитина Т. Г.

Рабочая программа дисциплины (модуля) составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки 04.03.01 Химия, утвержденного приказом Минобрнауки России от 17.07.2017 № 671, с учетом трудовых функций профессиональных стандартов: "Специалист по промышленной фармации в области исследований лекарственных средств", утвержден приказом Минтруда России от 22.05.2017 № 432н; "Специалист по промышленной фармации в области контроля качества лекарственных средств", утвержден приказом Минтруда России от 22.05.2017 № 431н; "Специалист по промышленной фармации в области производства лекарственных средств", утвержден приказом Минтруда России от 22.05.2017 № 430н; "Специалист по научно-исследовательским и опытно-конструкторским разработкам", утвержден приказом Минтруда России от 04.03.2014 № 121н.

Согласование и утверждение

№	Подразделение или коллегиальный орган	Ответственное лицо	ФИО	Виза	Дата, протокол (при наличии)
1	Методическая комиссия УГСН 04.00.00	Председатель методической комиссии/совета	Алексеева Г. М.	Согласовано	27.04.2023
2	Кафедра аналитической химии	Ответственный за образовательную программу	Алексеева Г. М.	Согласовано	27.04.2023
3	Кафедра аналитической химии	Заведующий кафедрой, руководитель подразделения, реализующего ОП	Алексеева Г. М.	Рассмотрено	23.05.2023, № 9

Согласование и утверждение образовательной программы

№	Подразделение или коллегиальный орган	Ответственное лицо	ФИО	Виза	Дата, протокол (при наличии)
1	факультет промышленной технологии лекарств	Декан, руководитель подразделения	Куваева Е. В.	Согласовано	28.04.2023

1. Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Компетенции, индикаторы и результаты обучения

ПК-1 Способен выполнять эксперименты с использованием современной аппаратуры и оформлять результаты исследований и разработок

ПК-1.1 Использует современную аппаратуру при проведении научных исследований с применением физико-химических методов анализа, в том числе анализа биологически активных веществ с целью установления их структуры/строения/свойств

Знать:

ПК-1.1/Зн1 Знать блок-схемы аналитического оборудования и программное обеспечение аналитического оборудования

ПК-1.1/Зн2 Знать принципы работы современной аппаратуры для научных исследований с применением физико-химических методов анализа

ПК-1.1/Зн3 Знать принципы взаимосвязи структуры/строения биологически активных веществ с их физико-химическими свойствами

ПК-1.1/Зн4 Знать принципы работы современной аппаратуры для научных исследований с применением хроматографических методов анализа

Уметь:

ПК-1.1/Ум1 Уметь выполнять измерения для объектов анализа в зависимости от поставленной задачи

ПК-1.1/Ум2 Уметь использовать программное обеспечение для хроматографического, спектрального и электрохимического анализа объектов

ПК-1.1/Ум3 Уметь использовать программное обеспечение для обеспечения функционирования хроматографического оборудования и расчетов результатов анализа.

Владеть:

ПК-1.1/Нв1 Владеть приёмами работы на аналитическом оборудовании

ПК-4 Способен осуществлять контроль качества лекарственных средств, исходного сырья, промежуточной продукции проводить паспортизацию продукции

ПК-4.1 Осуществляет требуемые операции (манипуляции) по подготовке лабораторного оборудования, материалов и объектов, приготовление растворов для испытаний лекарственных средств, исходного сырья, промежуточной продукции в соответствии с установленными процедурами

Знать:

ПК-4.1/Зн1 Знать основные стандартные операции при пробоподготовке в области обеспечения качества продукции.

ПК-4.1/Зн2 Знать особенности методов отбора проб и пробоподготовки различных объектов: биологически активных веществ, лекарственного и растительного сырья, минерального сырья, технологических продуктов, объектов окружающей среды.

ПК-4.1/Зн3 Знать основные стандартные операции по подготовке хроматографического оборудования

Уметь:

ПК-4.1/Ум1 Уметь пользоваться ГОСТами, спецификациями и другими нормативными документами при выборе оборудования и методики для проведения пробоотбора и пробоподготовки.

ПК-4.1/Ум2 Уметь выбрать стандартные операции при пробоподготовке в соответствии с предлагаемой методикой анализа.

ПК-4.1/Ум3 Уметь выбрать оптимальный метод пробоподготовки при составлении схемы химического анализа для решения поставленной практической задачи.

ПК-4.1/Ум4 Уметь пользоваться ГОСТами, спецификациями и другими нормативными документами при выборе оборудования и методики для проведения хроматографического анализа.

ПК-4.1/Ум5 Уметь приготовить растворы для испытаний лекарственных средств, исходного сырья, промежуточной продукции в соответствии с установленными процедурами.

ПК-4.2 Выполняет требуемые операции на высокотехнологическом оборудовании в соответствии с установленными требованиями

Знать:

ПК-4.2/Зн1 Знать принципы и порядок выполнения операций с применением высокотехнологического оборудования

ПК-4.2/Зн2 Знать требования к операциям, выполняемым на высокотехнологическом оборудовании

ПК-4.2/Зн3 Знать блок-схемы высокотехнологического аналитического оборудования и программное обеспечение аналитического оборудования

ПК-4.2/Зн4 Знать основные методики контроля качества биофармацевтических препаратов

ПК-4.2/Зн5 Знать основные молекулярные контаминанты биофармацевтических препаратов и их источники

ПК-4.2/Зн6 Знать методы контроля качества лекарственных средств

Уметь:

ПК-4.2/Ум1 Уметь выполнять измерения на высокотехнологическом аналитическом оборудовании для объектов анализа в зависимости от поставленной задачи

ПК-4.2/Ум2 Уметь подбирать основные методики контроля качества биофармацевтических препаратов

ПК-4.2/Ум3 Уметь выбрать оптимальное электрохимическое оборудования для решения конкретных аналитических задач.

ПК-4.2/Ум4 Уметь выбрать метод контроля качества лекарственного средства в зависимости от поставленной задачи и выполнить требуемые операции

ПК-4.3 Осуществляет регистрацию, обработку и интерпретацию результатов проведенных испытаний лекарственных средств, исходного сырья, промежуточной продукции, в том числе оформляет протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме

Знать:

ПК-4.3/Зн1 Знать основные физико-химические методы анализа и способы количественного расчёта в инструментальном количественном анализе

ПК-4.3/Зн2 Знать требования к оформлению отчётной документации, валидацию аналитических методик

ПК-4.3/Зн3 Знать программное обеспечение для управления аналитическим оборудованием

ПК-4.3/Зн4 Знать лабораторные информационно-управляющие системы (ЛИУС).

ПК-4.3/Зн5 Знать программное обеспечение для статистического анализа: ПО «SPSS Statistics», «Statistica», «Statgraphics», «Stata»

ПК-4.3/Зн6 Знать основные способы количественного расчёта в хроматографических методах анализа.

Уметь:

ПК-4.3/Ум1 Уметь провести расчёт результата анализа в соответствии с методом количественного расчёта

ПК-4.3/Ум2 Уметь правильно применить линейные функциональные зависимости для количественного расчёта в практической работе

ПК-4.3/Ум3 Уметь оформить отчет по результатам эксперимента в соответствии с заданной формой и провести расчёт валидационных характеристик

ПК-4.3/Ум4 Уметь провести статистическую обработку результатов анализа с применением стандартных компьютерных программ и корректно представить результат анализа

ПК-4.3/Ум5 Уметь использовать программное обеспечение аналитического оборудования для решения задач химической направленности

ПК-4.3/Ум6 Уметь заполнять электронный лабораторный журнал

2. Место дисциплины в структуре ОП

Дисциплина (модуль) Б1.В.18 «Хроматографические и смежные методы анализа» относится к формируемой участниками образовательных отношений части образовательной программы и изучается в семестре(ах): 7, 8.

Предшествующие дисциплины (практики) по связям компетенций:

Б1.О.10 Аналитическая химия;

Б1.В.07 Биоорганическая химия;

Б1.В.ДВ.02.02 Идентификация функциональных групп органических соединений методом ИК спектроскопии;

Б1.О.13 Органическая химия;

Б2.О.02(Н) производственная практика (научно-исследовательская работа);

Б1.В.14 Химические основы биологических процессов;

Б1.В.ДВ.02.01 Химия синтетических биологически активных веществ;

Последующие дисциплины (практики) по связям компетенций:

Б1.В.15 Биофармацевтические препараты;

Б1.В.ДВ.05.02 Биохимические методы;

Б1.О.20 Введение в фармакопейный анализ;

Б1.В.16 Информационное обеспечение химического анализа;

Б1.В.ДВ.04.02 Катализ в органическом синтезе;

Б1.В.17 Количественный инструментальный химический анализ;

Б1.В.19 Методы спектрального анализа;

Б1.В.ДВ.05.01 Надлежащая лабораторная практика;

Б3.01(Д) Подготовка к защите и защита выпускной квалификационной работы;

Б1.В.ДВ.03.02 Пробоподготовка в химическом анализе;

Б2.В.02(Пд) производственная практика (преддипломная практика);

Б1.В.ДВ.04.01 Современные методы очистки органических веществ;

Б1.В.ДВ.03.01 Электрохимические методы анализа;

В процессе изучения дисциплины студент готовится к видам профессиональной деятельности и решению профессиональных задач, предусмотренных ФГОС ВО и образовательной программой.

3. Объем дисциплины и виды учебной работы

Период обучения	Период обучения										
	Общая трудоемкость (часы)	Общая трудоемкость (ЗЕТ)	Контактная работа (часы, всего)	Консультации в период сессии (часы)	Консультации в период теоретического обучения (часы)	Контактные часы на аттестацию в период обучения (часы)	Лабораторные занятия (часы)	Лекции (часы)	Практические занятия (часы)	Самостоятельная работа студента (часы)	Промежуточная аттестация (часы)
Седьмой семестр	288	8	176		48	4	72	36	16	112	Дифференцированный зачет Курсовая работа
Восьмой семестр	108	3	60	2	24		22	12		23	Экзамен (25)
Всего	396	11	236	2	72	4	94	48	16	135	25

4. Содержание дисциплины

4.1. Разделы, темы дисциплины и виды занятий

Наименование раздела, темы	Наименование раздела, темы									
	Всего	Консультации в период сессии	Консультации в период теоретического обучения	Контактные часы на аттестацию в период обучения	Лабораторные занятия	Лекции	Практические занятия	Самостоятельная работа студента	Планируемые результаты обучения, соответствующие с результатам освоения программы	
Раздел 1. Хроматографические методы анализа	288		48	4	72	36	16	112	ПК-1.1 ПК-4.1 ПК-4.2 ПК-4.3	
Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования	48		9			8	16	15		
Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография	103		18		30	10		45		
Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография.	137		21	4	42	18		52		
Раздел 2. Электрофоретические методы анализа	83	2	24		22	12		23	ПК-1.1 ПК-4.1 ПК-4.2 ПК-4.3	
Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ	83	2	24		22	12		23		

Итого	371	2	72	4	94	48	16	135	
--------------	------------	----------	-----------	----------	-----------	-----------	-----------	------------	--

4.2. Содержание разделов, тем дисциплин и формы текущего контроля

Раздел 1. Хроматографические методы анализа

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования

Методы разделения и концентрирования: классификация и области применения в аналитической химии.

Текущий контроль

Вид (форма) контроля, оценочные материалы	Минимальный успешный балл	Максимальный балл
Тест		10
Посещение учебных занятий (балльно-рейтинговая система)		56

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография

Хроматографические методы анализа: основные принципы разделения в зависимости от физико-химических свойств определяемых веществ.

Особенности газохроматографического анализа.

Текущий контроль

Вид (форма) контроля, оценочные материалы	Минимальный успешный балл	Максимальный балл
Коллоквиум	30	50
Защита отчёта по лабораторной работе	48	80
Посещение учебных занятий (балльно-рейтинговая система)		70
Контроль самостоятельной работы	6	10

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография.

Классификация методов жидкостной хроматографии по механизму удерживания вещества сорбентом.

Препаративная и высокоэффективная жидкостная хроматография.

Способы повышения чувствительности и селективности хроматографического анализа.

Текущий контроль

Вид (форма) контроля, оценочные материалы	Минимальный успешный балл	Максимальный балл
Коллоквиум	30	50
Защита отчёта по лабораторной работе	72	120
Посещение учебных занятий (балльно-рейтинговая система)		106
Контроль самостоятельной работы	6	10

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ

Капиллярный электрофорез: принципы метода и приборное оснащение. Области применения в фармацевтическом анализе.

Мицеллярная электрокинетическая хроматография: основные подходы к оптимизации разделения нейтральных компонентов сложных проб.

Текущий контроль

Вид (форма) контроля, оценочные материалы	Минимальный успешный балл	Максимальный балл
Коллоквиум	30	50
Защита отчёта по лабораторной работе	36	60
Посещение учебных занятий (балльно-рейтинговая система)		64
Контроль самостоятельной работы	6	10

4.3. Содержание занятий семинарского типа.

Очная форма обучения. Консультации в период сессии (2 ч.)

Раздел 1. Хроматографические методы анализа

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография.

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа (2 ч.)

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ (2 ч.)

Консультация по вопросам подготовки к промежуточной аттестации в формате экзамена:

1. Обсуждение структуры билета и критериев оценивания ответа студента.
2. Разбор наиболее сложных вопросов курса.
3. Основные рекомендации при подготовке к экзамену.

4.4. Содержание занятий семинарского типа.

Очная форма обучения. Консультации в период теоретического обучения (72 ч.)

Раздел 1. Хроматографические методы анализа (48 ч.)

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования (9 ч.)

1. Консультация по сложным вопросам темы "Методические основы методов разделения и концентрирования", 3 час
2. Консультация по сложным вопросам темы "Приборное оформление методов разделения и концентрирования", 3 час
3. Консультация по сложным вопросам темы "Подготовка к тесту по методам разделения и концентрирования", 3 час

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография (18 ч.)

Консультации по теме: "Газовая хроматография":

1. Консультация по сложным вопросам темы "Математическое описание хроматографического процесса: тарелочная и кинетическая теории хроматографии". 3 часа.
2. Консультация по сложным вопросам темы "Выбор условий разделения газохроматографического разделения в зависимости от свойств аналитов". 3 часа
3. Консультация по особенностям выполнения домашнего задания по газовой хроматографии,

3 часа.

4. Консультация по подготовке к коллоквиуму 1 по газовой хроматографии, 3 час
5. Консультация по составлению обзора литературы при выполнении курсовой работы, 3 часа
6. Консультация по планированию экспериментальной части курсовой работы, 3 часа

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография. (21 ч.)

1. Консультация по сложным вопросам темы "Примеры ГХ и ВЭЖХ анализа природных и фармацевтических объектов". 3 часа.
2. Консультация по выбору условий ВЭЖХ анализа в зависимости от свойств аналитов. 3 часа
3. Консультация по особенностям выполнения домашнего задания по жидкостной хроматографии, 3 часа.
4. Консультация по подготовке к коллоквиуму 2 по жидкостной хроматографии, 3 час
5. Консультация по обсуждению результатов экспериментальной части курсовой работы, 3 часа
6. Консультация по особенностям валидации хроматографических методик анализа в рамках курсовой работы, 3 часа.
7. Консультация по основным рекомендациям по подготовке доклада и презентации курсовой работы, 3 часа

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа (24 ч.)

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ (24 ч.)

1. Консультация по вопросам влияния величины электроосмотического потока на параметры разделения в капиллярном электрофорезе, 3 часа
2. Консультация по сравнению эффективности и селективности анализа сложных смесей аналитов методами КЭ и ВЭЖХ, 3 часа.
3. Консультация по особенностям выполнения домашней работы по капиллярному электрофорезу.3 часа.
4. Консультация по достоинствам мицеллярной электрокинетической хроматографии в фармацевтическом анализе.3 часа.
5. Консультация по способам он-лайн концентрирования в электрофоретических методах анализа.3 часа.
6. Консультация по сложным вопросам темы "Хиральный, лигандообменный и гель-электрофорез и области их применения".3 часа.
7. Консультация по обсуждению тестирования по капиллярному электрофорезу.3 часа.
8. Консультация по подготовке к коллоквиуму по капиллярному электрофорезу и разбор типовых задач.3 часа.

4.5. Содержание занятий семинарского типа.

Очная форма обучения. Контактные часы на аттестацию в период обучения (4 ч.)

Раздел 1. Хроматографические методы анализа (4 ч.)

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография. (4 ч.)

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ

4.6. Содержание занятий семинарского типа.

Очная форма обучения. Лабораторные занятия (94 ч.)

Раздел 1. Хроматографические методы анализа (72 ч.)

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография (30 ч.)

1. Обучение работе на газовом хроматографе: освоение управляющей программы.

Лабораторная работа: Влияние скорости газа-носителя на ВЭТТ в газовой хроматографии.

2. Количественные расчеты в хроматографии. Приготовление градуировочных растворов.

Лабораторная работа: Газо-хроматографическое определение аналитов в пробе.

3. Влияние температуры на разделение в газовой хроматографии.

Лабораторная работа: Определение микропримесей в спиртовых растворах методом газовой хроматографии с программированием температуры.

4. Расчет коэффициентов концентрирования при определении микропримесей в пробах сложного состава.

Лабораторная работа: Определение остаточного содержания хлор-органических соединений методом ГХ с парофазным концентрированием.

5. Коллоквиум №1 по теме: «Газовая хроматография: теория и расчёты».

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография. (42 ч.)

1. Знакомство с препаративной колоночной хроматографией.

Лабораторная работа: Заполнение хроматографической колонки и изучение физико-химических свойств катионитов.

2. Обучение работе на жидкостном хроматографе.

Лабораторная работа: Влияние состава подвижной фазы на разделение аналитов методом ОФ ВЭЖХ.

3. Лабораторная работа : Выбор условий детектирования при определении витаминов методом ОФ ВЭЖХ.

4. Расчет коэффициента концентрирования в зависимости от физико-химических свойств веществ.

Лабораторная работа: Твердофазное концентрирование примесей для их последующего ВЭЖХ определения.

5. Расчет основных параметров и результатов анализа методом ТСХ.

Лабораторная работа: Качественная идентификация основных компонентов в лекарственных препаратах методом ТСХ.

6. Знакомство с программным обеспечением для реализации ВЭТСХ.

Лабораторная работа: Определение микропримесей в лекарственных препаратах методом ВЭТСХ.

7. Коллоквиум №2 по теме: Жидкостная хроматография: теория, расчёты»

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа (22 ч.)

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ (22 ч.)

1. Решение задач на расчет скорости электроосмоса и электрофоретической подвижности аналитов.

Обучение работе на приборе капиллярного электрофореза.

Лабораторная работа: Определение скорости электроосмоса и электрофоретической подвижности аналитов.

2. Решение задач на расчет содержания биологически активных веществ по результатам электрофоретического анализа.

Лабораторная работа: Определение БАВ методом капиллярного электрофореза.

3. Решение задач на расчет эффективности и селективности разделения в мицеллярной электрокинетической хроматографии.

Лабораторная работа: Анализ готовых лекарственных форм методом мицеллярной электрокинетической хроматографии.

Тест по капиллярному электрофорезу.

4. Коллоквиум по теме «Капиллярный электрофорез теория, расчёты».

4.7. Содержание занятий лекционного типа.

Очная форма обучения. Лекции (48 ч.)

Раздел 1. Хроматографические методы анализа (36 ч.)

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования (8 ч.)

1. Физико-химические характеристики методов разделения и концентрирования. Классификация методов разделения. Методы разделения гетерогенных и гомогенных смесей. Методы разделения веществ, основанные на образовании выделяемыми веществами новой фазы и их использование в аналитической практике.
2. Методы разделения, основанные на различиях в распределении веществ между фазами. Обратимость процесса межфазного распределения. Изотерма межфазного распределения. Однократное и многократное распределение веществ между несмешивающимися фазами.
3. Мембранные методы разделения и их внутригрупповая классификация в зависимости от агрегатного состояния фаз, участвующих в процессе мембранного разделения и природы сил, вызывающих направленный массоперенос веществ через мембраны.
4. Методы внутрифазного разделения в зависимости от агрегатного состояния фазы, в пределах которой осуществляется разделение и природы сил, вызывающих пространственное перемещение веществ в этой фазе.

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография (10 ч.)

1. Хроматографические процессы, хроматографические системы, удерживание и размывание хроматографической зоны. Эффективность и селективность в хроматографии, их взаимосвязь с разрешением. Качественный и количественный анализ.
2. Математическое описание хроматографического разделения веществ: тарелочная теория хроматографии. Основные причины размывания хроматографического пика. Кинетическая теория хроматографии.
3. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография – критерии выбора аналитического метода в зависимости от физико-химических свойств определяемых веществ. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография, уравнение Голя.
4. Современные газовые хроматографы: основные узлы и существующее программное обеспечение. Характеристики и области применения основных газохроматографических детекторов.
5. Реакционная газовая хроматография и парофазный анализ, принципы методов и их использование в анализе сложных объектов. Хроматомасс-спектрометрия. Сверхкритическая флюидная хроматография.

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография. (18 ч.)

1. Препаративная и высокоэффективная жидкостная хроматография. Блок-схема жидкостного хроматографа. Особенности использования спектральных и оптических детекторов в ВЭЖХ.
2. Детектор на диодной матрице и масс-спектрометрический детектор – высокочувствительные детекторы для анализа проб сложного состава. Электрохимические детекторы в ВЭЖХ.
3. Жидкостно-адсорбционная хроматография: нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты. Ион-парная хроматография. Синтез ВЭЖХ сорбентов с заданными свойствами. Аффинная хроматография.
4. Тонкослойная хроматография (ТСХ) и высокоэффективная тонкослойная хроматография (ВТСХ).
5. Ионообменная хроматография, ионо-эксклюзионная и лигандообменная хроматография, области применения методов.
6. Ионная хроматография. Особенности метода.
7. Эксклюзионная хроматография.
8. Способы повышения чувствительности и селективности хроматографического определения.
9. Основные источники случайных и систематических погрешностей в хроматографическом

анализе.

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа (12 ч.)

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ (12 ч.)

1. Основы метода капиллярного электрофореза. Основные формулы и определения. Электроосмотический поток и факторы и электромиграция ионов в разбавленных растворах.
2. Принципиальная схема прибора, различные системы ввода пробы, охлаждения и типа капилляра. Основные типы проточных детекторов, используемых в капиллярном электрофорезе.
3. Выбор состава ведущего электролита при определении анионов и катионов методом капиллярного электрофореза.
4. On-line и off-line получение производных в методе капиллярного электрофореза. Электрофоретически опосредованный полумикроанализ и электроинжекционный анализ, возможность повышения селективности и экспрессности определения.
5. Мицеллярная электрокинетическая хроматография. Возможности разделения нейтральных соединений. Электрохроматография и области её применения.
6. Способы он-лайн концентрирования в электрофоретических методах анализа. Применение метода капиллярного электрофореза и других электрофоретических методов в неорганическом и органическом анализе.

4.8. Содержание занятий семинарского типа.

Очная форма обучения. Практические занятия (16 ч.)

Раздел 1. Хроматографические методы анализа (16 ч.)

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования (16 ч.)

1. Методы разделения, основанные на образовании новой фазы. Решение задач на выбор условий осуществления разделения в зависимости от химических свойств веществ.
2. Методы разделения, основанные на различиях в распределении веществ между фазами. Решение задач на нахождение коэффициента и степени концентрирования в зависимости от условий реализации процесса.
3. Особенности хроматографических методов разделения веществ. Решение задач на расчет физико-химических параметров во фронтальной и элюентной хроматографии.
4. Мембранные методы разделения. Решение задач на расчет коэффициента концентрирования в мембранных методах. Тест: Практическое применение методов разделения и концентрирования.

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография.

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ

4.9. Содержание самостоятельной работы обучающихся

Очная форма обучения. Самостоятельная работа студента (135 ч.)

Раздел 1. Хроматографические методы анализа (112 ч.)

Тема 1.1. Методы разделения и концентрирования (15 ч.)

1. Проработка лекционного материала.
2. Подготовка к практическим занятиям по методам разделения и концентрирования.
3. Проработка задач, решенных на практических занятиях и подготовка к тесту.

Тема 1.2. Хроматографические методы анализа: теоретические основы и газовая хроматография (45 ч.)

1. Проработка лекционного материала.
2. Подготовка к лабораторным работам по газовой хроматографии.
3. Оформление протоколов лабораторных работ по газовой хроматографии.
4. Решение задач по теме: домашнее задание по газовой хроматографии.
5. Подготовка к коллоквиуму №1 по газовой хроматографии.
6. Выбор темы курсовой работы.
7. Составление плана курсовой работы и поиск литературы по выбранной теме курсовой работы.

Примерные темы курсовых работ по газовой хроматографии:

1. Определение остаточного содержания хлорированных углеводов в воде с использованием парофазного анализа.
2. Способы предконцентрирования гидрофобных соединений для их последующего хроматографического определения.
3. Применение программирования температуры для повышения экспрессности определения микропримесей в спиртовых растворах методом газо-жидкостной хроматографии.
4. Способы повешения чувствительности газохроматографического анализа.
5. Качественная идентификация компонентов при газохроматографическом анализе сложных проб.

Тема 1.3. Хроматографические методы анализа: жидкостная хроматография. (52 ч.)

1. Проработка лекционного материала.
2. Подготовка к лабораторным работам по жидкостной хроматографии.
3. Оформление протоколов лабораторных работ по жидкостной хроматографии.
4. Решение задач по теме: домашнее задание по жидкостной хроматографии.
5. Подготовка к коллоквиуму №2 по жидкостной хроматографии.
6. Выполнение экспериментальной части курсовой работы.

Примерные темы курсовых работ по жидкостной хроматографии:

1. Оптимизация условий детектирования при определении фенольных соединений методом ВЭЖХ.
2. Использование ВЭТСХ для качественного и количественного анализа смеси лекарственных препаратов.
3. Определение катионных и анионных форм аналитов методом ионной хроматографии.
4. Применение эксклюзионной хроматографии для разделения белковых молекул.
5. Новые подходы к синтезу высокоэффективных сорбентов для ВЭЖХ.
6. ВЭЖХ лекарственных препаратов группы антибиотиков.
7. Применение диодно-матричного детектора в ВЭЖХ.

Раздел 2. Электрофоретические методы анализа (23 ч.)

Тема 2.1. Электрофоретические методы определения веществ (23 ч.)

5. Порядок проведения промежуточной аттестации

Промежуточная аттестация: Дифференцированный зачет, Седьмой семестр.

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в виде дифференцированного зачета (зачета с оценкой) в форме собеседования с учетом баллов набранных студентом во время обучения в семестре..

К промежуточной аттестации допускаются студенты, набравшие в период теоретического обучения не менее 60% баллов рейтинга.

Обязательное требование: предъявление на зачет рабочих тетрадей (лабораторный журнал и самостоятельная работа).

Порядок проведения промежуточной аттестации:

1. Зачет проводится в период теоретического обучения. Не допускается проведение зачета на

последних аудиторных занятиях.

2. Преподаватель принимает зачет только при наличии ведомости и надлежащим образом оформленной зачетной книжки или при условии прохождения студентом идентификации в установленном порядке.

3. Результат зачета объявляется студенту непосредственно после его сдачи, затем выставляется в ведомость и зачетную книжку студента. Положительная оценка заносится в ведомость и зачетную книжку, неудовлетворительная оценка проставляется только в ведомости. В случае неявки студента для сдачи зачета в ведомости вместо оценки делается запись «не явился».

4. При собеседовании студенту предоставляется возможность предварительной подготовки к ответу в течение 15 минут.

Результаты обучения по компетенциям считаются сформированными на уровне требований к дисциплине в соответствии с образовательной программой, если по итогам применения оценочных средств результаты, демонстрируемые обучающимся, отвечают критерию сформированности результатам обучения компетенции.

В рамках промежуточной аттестации оценка «отлично», «хорошо», «удовлетворительно» выставляется, если

за собеседование набрано не менее 60% баллов.

Баллы, полученные студентом в период теоретического обучения и за собеседование складываются и пересчитываются на 1000 баллов рейтинга по формуле, размещенной в ЭИОС <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=2515>.

Максимальный балл за курс - 1000 баллов.

Критерии выставления оценки за зачет:

- «отлично» - 900-1000 баллов,
- «хорошо» - 750-899 баллов,
- «удовлетворительно» - 600-749 баллов,
- «неудовлетворительно» менее 600 баллов.

Если за собеседование набрано менее 60% соответствующего количества баллов в балльно-рейтинговой системе, то обучающемуся выставляется оценка «неудовлетворительно».

Если по итогам проведенной промежуточной аттестации результаты обучающегося не соответствуют критерию сформированности компетенции, обучающемуся выставляется оценка «не удовлетворительно». Оценка «удовлетворительно», «хорошо» или «отлично» означает успешное прохождение промежуточной аттестации.

Промежуточная аттестация: Курсовая работа, Седьмой семестр.

Порядок проведения защиты курсовой работы:

1. Защита курсовой работы проводится в период теоретического обучения. Не допускается проведение защиты курсовой работы на последних аудиторных занятиях.

2. Защита курсовой работы осуществляется в форме доклада с презентацией и представлением реферата по выбранной теме курсовой работы.

3. В рамках проведения защиты курсовой работы преподаватель оценивает:

- 1) доклад студента по теме курсовой работы,
- 2) презентацию,
- 3) реферат.

Критерии оценивания:

1) Соответствие доклада, презентации и реферата требованиям, размещенным в ЭИОС <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=2515>.

Максимальная оценка - 10 баллов.

2) Соблюдение сроков представления презентации и реферата, размещенным в ЭИОС <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=2515>.

Максимальная оценка - 10 баллов.

3) Соответствие доклада студента и реферата заявленной теме курсовой работы, а также способность делать выводы по сделанной экспериментальной части курсовой работы.

Максимальная оценка - 15 баллов

4) Объем выполненной экспериментальной работы.

Максимальная оценка - 15 баллов.

4. По результатам этого проверяется сформированность результатов обучения по заявленным индикаторам достижения компетенций. В рамках промежуточной аттестации оценка «отлично» «хорошо» «удовлетворительно» выставляется, если по каждому критерию оценивания набрано не менее 60% баллов. Итоговая оценка за курсовую работу выставляется с учетом набранных баллов:

45 - 50 баллов – «отлично»

38 - 44 балла – «хорошо»

30 - 37 баллов – «удовлетворительно»

менее 30 баллов – «неудовлетворительно».

Если по одному из критериев оценивания набрано менее 60% баллов, то студенту выставляется оценка «неудовлетворительно».

Промежуточная аттестация: Экзамен, Восьмой семестр.

Промежуточная аттестация осуществляется в виде экзамена в форме ответа на билет с учетом баллов, набранных в период теоретического обучения.

К промежуточной аттестации допускаются студенты, набравшие в период теоретического обучения не менее 60% баллов рейтинга.

Обязательное требование: предъявление на экзамен рабочих тетрадей (лабораторный журнал и самостоятельная работа).

Порядок проведения экзамена:

1. Экзамен проводится в период экзаменационной сессии, предусмотренной календарным учебным графиком. Не допускается проведение экзамена на последних аудиторных занятиях.

2. Экзамен должен начинаться в указанное в расписании время и проводиться в отведенной для этого аудитории. Самостоятельный перенос экзаменатором времени и места проведения экзамена не допускается.

3. Преподаватель принимает экзамен только при наличии ведомости и надлежащим образом оформленной зачетной книжки.

4. Критерии оценки ответа студента на экзамене, а также форма его проведения доводятся преподавателем до сведения студентов до начала экзамена на экзаменационной консультации.

5. Результат экзамена объявляется студенту непосредственно после его сдачи, затем выставляется в экзаменационную ведомость и зачетную книжку студента. Положительные оценки заносятся в экзаменационную ведомость и зачетную книжку, неудовлетворительная оценка проставляется только в экзаменационной ведомости. В случае неявки студента для сдачи экзамена в ведомости вместо оценки делается запись «не явился».

Экзаменационный билет включает три теоретических вопроса и расчетную задачу, которые оцениваются соответствующим количеством баллов.

Результаты обучения по компетенциям считаются сформированными на уровне требований к дисциплине в соответствии с образовательной программой, если по итогам применения оценочных средств результаты, демонстрируемые обучающимся, отвечают критерию сформированности результатам обучения компетенции.

В рамках промежуточной аттестации оценка «отлично», «хорошо», «удовлетворительно» выставляется, если

за ответ на экзаменационный билет набрано не менее 60% соответствующего количества баллов в балльно-рейтинговой системе.

Баллы, полученные студентом в период теоретического обучения и за ответ на экзаменационный билет складываются и пересчитываются на 1000 баллов рейтинга по формуле, размещенной в ЭИОС <https://edu-spcpu.ru/course/view.php?id=2515>.

Максимальный балл за курс - 1000 баллов.

Критерии выставления оценки за экзамен:

- «отлично» - 900-1000 баллов,

- «хорошо» - 750-899 баллов,

- «удовлетворительно» - 600-749 баллов,

- «неудовлетворительно» менее 600 баллов.

Если за ответ на экзаменационный билет набрано менее 60% соответствующего количества баллов в балльно-рейтинговой системе, то обучающемуся выставляется оценка

«неудовлетворительно».

Если по итогам проведенной промежуточной аттестации результаты обучающегося не соответствуют критерию сформированности компетенции, обучающемуся выставляется оценка «не удовлетворительно». Оценка «удовлетворительно», «хорошо» или «отлично» означает успешное прохождение промежуточной аттестации.

6. Материально-техническое и учебно-методическое обеспечение дисциплины

6.1. Перечень основной и дополнительной учебной литературы

Основная литература

1. Жебентяев А. И. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс]: Высшее образование - Минск: Новое знание, 2015. - 206 с.
2. Алексеева Г. М., Зеленцова А. Б. Жидкостная хроматография (ВЭЖХ и ТСХ) [Электронный ресурс]: - Санкт-Петербург: Изд-во СПХФА, 2008. - 104 с.
3. Вероника,, Р. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография / Р. Вероника,,; перевод И. А. Петухов. - Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография - Москва: Техносфера, 2017. - 408 с. - 978-5-94836-480-3. - Текст: электронный. // ЭБС IPR BOOKS: [сайт]. - URL: <http://www.iprbookshop.ru/84700.html> (дата обращения: 15.09.2022). - Режим доступа: по подписке
4. Алексеева Г. М., Никитина Т. Г., Генералова Ю. Э., Михайлова Н. В., Екимов А. А., Апраксин В. Ф., Комарова Н. В. Применение капиллярного электрофореза в анализе лекарственных средств [Электронный ресурс]: Монография - Москва: КноРус, 2019. - 176 с.

Дополнительная литература

1. Аналитическая хроматография [Электронный ресурс]: - Москва: Химия, 1993. - 464 с.
2. Зенкевич И. Г., Карцова Л. А., Москвин Л. Н., Родинков О. В., Якимова Н. М. Методы разделения веществ и гибридные методы анализа [Электронный ресурс]: , 2008. - 304 с.
3. Москвин Л. Н., Родинков О. В. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии [Электронный ресурс]: - Издание 2-е изд. - Долгопрудный: Интеллект, 2012. - 348 с.
4. Бёккер,, Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза: монография / Ю. Бёккер,. - Хроматография. Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза - Москва: Техносфера, 2009. - 472 с. - 978-5-94836-212-0. - Текст: электронный. // ЭБС IPR BOOKS: [сайт]. - URL: <http://www.iprbookshop.ru/12749.html> (дата обращения: 15.09.2022). - Режим доступа: по подписке

6.2. Профессиональные базы данных и ресурсы «Интернет», к которым обеспечивается доступ обучающихся

Профессиональные базы данных

1. <https://www.gost.ru/> - Официальный сайт Федеральной службы государственной статистики Российской Федерации

Ресурсы «Интернет»

1. <http://www.studentlibrary.ru> - ЭБС «Консультант студента» : / ООО «Политехресурс». – Москва
2. <http://www.iprbookshop.ru> - ЭБС IPR BOOKS : электронная библиотечная система / ООО Компания «Ай Пи Ар Медиа»., гл.ред. Е. А. Богатырева. — [Саратов]

6.3. Программное обеспечение и информационно-справочные системы, используемые при осуществлении образовательного процесса по дисциплине

Для обеспечения реализации дисциплины используется стандартный комплект программного обеспечения (ПО), включающий регулярно обновляемое свободно распространяемое и лицензионное ПО, в т.ч. MS Office.

Программное обеспечение для адаптации образовательных ресурсов для обучающихся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья:

Программа экранного доступа Nvda - программа экранного доступа к системным и офисным приложениям, включая web-браузеры, почтовые клиенты, Интернет-мессенджеры и офисные пакеты. Встроенная поддержка речевого вывода на более чем 80 языках. Поддержка большого числа брайлевских дисплеев, включая возможность автоматического обнаружения многих из них, а также поддержка брайлевского ввода для дисплеев с брайлевской клавиатурой. Чтение элементов управления и текста при использовании жестов сенсорного экрана.

Перечень программного обеспечения

(обновление производится по мере появления новых версий программы)

1. Эльфоран;

Перечень информационно-справочных систем

(обновление выполняется еженедельно)

Не используется.

6.4. Специальные помещения, лаборатории и лабораторное оборудование

Для обеспечения реализации дисциплины используется оборудование общего назначения, специализированное оборудование, оборудование, обеспечивающее адаптацию электронных и печатных образовательных ресурсов для обучающихся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья, наборы демонстрационного оборудования и учебно-наглядных пособий по списку.

Оборудование общего назначения:

Презентационное оборудование (мультимедиа-проектор, экран, компьютер для управления) - для проведения лекционных и семинарских занятий.

Компьютерный класс (с выходом в Internet) - для организации самостоятельной работы обучающихся.

Оборудование, обеспечивающее адаптацию электронных и печатных образовательных ресурсов для обучающихся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья (место размещения - учебно-методический отдел, устанавливается по месту проведения занятий (при необходимости)):

Устройство портативное для увеличения DION OPTIC VISION - предназначено для обучающихся с нарушением зрения с целью увеличения текста и подбора контрастных схем изображения;

Электронный ручной видеоувеличитель Bigger D2.5-43 TV - предназначено для обучающихся с нарушением зрения для увеличения и чтения плоскочечатного текста;

Радиокласс (радиомикрофон) «Сонет-PCM» РМ-6-1 (заушный индиктор) - портативная звуковая FM-система для обучающихся с нарушением слуха, улучшающая восприятие голосовой информации.

учебно-лабораторные помещения

"Высокоэффективн.жидкостный хроматограф""Милихром А-02"" - 1 шт.

"Система капиллярного электрофореза ""Капель 103Р"" - 1 шт.

"Система капиллярного электрофореза ""Капель 104Т"" - 1 шт.

"Ультразвуковой промыватель ""Finn Sonic"" - 1 шт.

"Хроматограф ""Кристалл 2000М""в ком-те" - 1 шт.

Дозатор 1-канальный 20мкл - 1 шт.

Устройство для фильтрации Кат.№XX1504700 - 1 шт.
Хроматограф жидкост.SPД 10 SHIMADZU - 1 шт.
"Ноутбук 15,6"" ASUS" - 1 шт.
Дозатор 1-канальный 100-1000мкл - 1 шт.
Иономер И-160 МИ - 1 шт.
Иономер И-130 - 1 шт.
Компьютер (MidiTower Codegen Q3341-A1/Asus H81M-C/Intek Pentium - 1 шт.
Компьютер SUPERWAVE - 1 шт.
Спектрофотометр UV-mini-1240 Shmadzu - 1 шт.

7. Методические указания по освоению дисциплины (модуля)

В ходе реализации учебного процесса по дисциплине проводятся учебные занятия и выполняется самостоятельная работа. По вопросам, возникающим в процессе выполнения самостоятельной работы, проводятся консультации.

Для организации и контроля самостоятельной работы обучающихся, а также проведения консультаций применяются информационно-коммуникационные технологии:

Информирование: <http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=2515>

Консультирование: <http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=2515>

Контроль: <http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=2515>

Размещение учебных материалов: <http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=2515>

Учебно-методическое обеспечение:

Никитина Т.Г.. Хроматографические и смежные методы анализа : электронный учебно-методический комплекс / Т.Г. Никитина; ФГБОУ ВО СПХФУ Минздрава России. – Санкт-Петербург, 2018. – Текст электронный // ЭИОС СПХФУ : [сайт]. – URL: <http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=2515>. — Режим доступа: для авторизованных пользователей.

Методические указания по формам работы

Консультации в период теоретического обучения

Консультации в период теоретического обучения предназначены для разъяснения порядка выполнения самостоятельной работы и ответа на сложные вопросы в изучении дисциплины.

Лекции

Лекции предназначены для сообщения обучающимся необходимого для изучения дисциплины объема теоретического материала. В рамках лекций преподавателем могут реализовываться следующие интерактивные образовательные технологии: дискуссия, лекция с ошибками, видеоконференция, вебинар.

Лабораторные занятия

Текущий контроль знаний осуществляется на лабораторных занятиях и проводится в форме: Коллоквиума

Краткая характеристика оценочного средства: представляет собой средство контроля усвоения учебного материала темы, раздела или разделов дисциплины, организованное как учебное занятие в виде собеседования преподавателя с обучающимися.

Представление оценочного средства в оценочных материалах: вопросы по темам/разделам дисциплины.

Практические занятия

Практические занятия предусматривают применение преподавателем различных интерактивных образовательных технологий и активных форм обучения: дискуссия. Текущий

контроль знаний осуществляется на практических занятиях и проводится в форме:

Задач и заданий репродуктивного уровня

Краткая характеристика оценочного средства: представляет собой средство, позволяющее оценивать и диагностировать знание фактического материала (базовые понятия, алгоритмы, факты) и умение правильно использовать специальные термины и понятия, узнавание объектов изучения в рамках определенного раздела дисциплины.

Представление оценочного средства в оценочных материалах: комплект задач и заданий

Защита отчета о практической работе

Краткая характеристика оценочного средства: представляет собой средство контроля, организованное как специальная беседа преподавателя с обучающимся на темы, связанные с содержанием отчета о выполненной практической работе, позволяющее установить самостоятельность выполнения работы, сформированность умений и правильность применения теоретических знаний в рамках темы.

Представление оценочного средства в оценочных материалах: вопросы по теме практической работы.

Тест

Краткая характеристика оценочного средства: представляет собой систему стандартизированных заданий, позволяющую автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося.

Представление оценочного средства в оценочных материалах: спецификация банка тестовых заданий