

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Казанский национальный исследовательский технологический университет»  
(ФГБОУ ВО «КНИТУ»)

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по УР

проф. А. В. Бурмистров

« 14 » 09 2018 г.

### РАБОЧАЯ ПРОГРАММА

по дисциплине Б1.В.ДВ.11 2 Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии

Направление подготовки 18.03.01 «Химическая технология»

Профиль подготовки Химическая технология органических веществ

Квалификация (степень) выпускника бакалавр

Программа подготовки академ. бакалавриат

Форма обучения заочная

Институт, факультет Институт нефти, химии и нанотехнологии, факультет нефти и нефтехимии

Кафедра-разработчик рабочей программы - Технология основного органического и нефтехимического синтеза

Курс, семестр 4, 5; 8,9

	Часы	Зачетные единицы
Лекции	5	
Практические занятия		
Семинарские занятия		
Лабораторные занятия	5	
Самостоятельная работа	125	
Форма аттестации Экзамен	Экзамен	
Всего	144	4

Казань, 2018 г.

Рабочая программа составлена с учетом требований Федерального государственного образовательного стандарта высшего образования № 1005 от 11 августа 2016 г по направлению 18.03.01 «Химическая технология».  
для профиля «Химическая технология органических веществ», на основании учебного плана набора обучающихся 2018, 2017 годов приема

Типовая программа дисциплины **Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии** отсутствует

Разработчик программы:  
доцент



Мусин Р.З.

Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры ТООНС протокол от 01.09.2018. г. №1

Зав. кафедрой



С.В.Бухаров

**УТВЕРЖДЕНО**

Протокол заседания методической комиссии факультета нефти и нефтехимии от 07.09.2018 г. № 1.

Председатель комиссии, профессор



Н.Ю.Башкирцева

Начальник УМЦ



Л.А. Китаева

### **1. Цели освоения дисциплины**

- а) приобретение опыта в планировании и практическом выполнении исследований в области определения качества продукции нефтехимического синтеза.
- б) обучение практических основ хроматографических методов установления состава многокомпонентных смесей.
- в) раскрытие сущности физико-химических процессов, происходящих при использовании различных методов ионизации с последующим применением их при идентификации сырья и продукции химических производств.
- г) приобретение навыков практического использования современной приборной базы для установления состава продукции нефтехимического синтеза.

### **2. Место дисциплины в структуре образовательной программы**

Дисциплина **Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии** относится к вариативной части дисциплин ООП и формирует у бакалавров по направлению подготовки 18.03.01 **«Химическая технология»** по профилю **«Химическая технология органических веществ»** набор знаний, умений, навыков и компетенций.

Для успешного освоения дисциплины **Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии** бакалавр по профилю подготовки **«Химическая технология органических веществ»** должен освоить материал предшествующих дисциплин:

- а) Б1.Б.8 - *Физика*
- б) Б1.Б.12- *Физическая химия*
- в) Б1.Б.11- *Органическая химия*

Знания, полученные при изучении дисциплины **«Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии»** могут быть использованы при прохождении преддипломной практики, при выполнении выпускных квалификационных работ, могут быть использованы в научно-исследовательской и производственно-технологической деятельности по направлению подготовки 18.03.01 **«Химическая технология»** по профилю **«Химическая технология органических веществ»**.

### **3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины**

ПК-10-способностью проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа

ПК-18 - готовностью использовать знание свойств химических элементов, соединений и материалов на их основе для решения задач профессиональной деятельности

ПК-19 -готовностью использовать знания основных физических теорий для решения возникающих физических задач, самостоятельного приобретения физических знаний, для понимания принципов работы приборов и устройств, в том числе выходящих за пределы компетентности конкретного направления

#### **В результате освоения дисциплины обучающийся должен:**

1) Знать:

- методические основы планирования масс-спектрометрического и хроматографического эксперимента для практической его реализации исследований в области органического и нефтехимического синтеза
- основы физических процессов ионизации в источниках ионов масс-спектрометров и возникающие при этом типы ионов
- основы процессов физико-химических разделения веществ в хроматографии
- методы детектирования, используемые в газовой и жидкостной хроматографии
- основные особенности блок-схем современных хроматографов и масс-спектрометров

- пределы обнаружения компонентов при использовании хроматографических и масс-спектрометрических методов
- основы качественного и количественного анализа метода высокоэффективной жидкостной хроматографии

2) Уметь:

- выполнять экспериментальные процедуры хроматографического и масс-спектрометрического анализа
- определять преимущества и недостатки методов по основным техническим показателям современного хроматографического и масс-спектрометрического оборудования
- модернизировать известные хроматографические и масс-спектрометрические методики для решения конкретных аналитических задач
- пользоваться учебной, научной и справочной литературой в области хроматографических и масс-спектрометрических методов исследования состава сложных смесей.
- пользоваться набором компьютерных программ обработки масс-спектрометрических и хроматографических данных.

3) Владеть:

- экспериментальными и компьютерными методиками расчета данных хроматографического и масс-спектрометрического анализа органических соединений, продуктов нефтехимического синтеза и др. соединений

**4. Структура и содержание дисциплины Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии**

Общая трудоемкость дисциплины составляет 4 зачетные единицы, 144 часа.

№ п/п	Раздел дисциплины	Семестр	Виды учебной работы (в часах)				Оценочные средства для проведения промежуточной аттестации по разделам
			Лекция	(Практическое занятие)	Лабораторные работы	СРС	
1	Тема 1. История развития хроматографического метода анализа. Основные понятия и определения.	8	1			3	Контрольные вопросы
2	Тема 2 Теоретические основы хроматографии. Основные характеристики хроматографического	8	1			4	Контрольная работа

	процесса.						
3	Тема 3. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматографии	9	1		1	35	Лаб. работа 1
4	Тема 4. Жидкостная хроматография.	9	1		1	35	Лаб. работа 2
5	Тема 5. Хромато-масс-спектрометрия	9	1		3	48	Лаб. работа 3,4
	ИТОГО:		5		5	125	Экзамен

**5. Содержание лекционных занятий по темам с указанием используемых инновационных образовательных технологий.**

№ п/п	Раздел дисциплины	Часы	Тема лекционного занятия	Краткое содержание	Формируемые компетенции
1	Тема 1. История развития хроматографического метода анализа. Основные понятия и определения.	1	Цели, объем и содержание курса Основные понятия и определения хроматографического метода	Классификация хроматографических методов по методике проведения эксперимента, по составу фаз и механизму разделения. Характеристика неподвижных и подвижных фаз в хроматографии. Классификация сорбентов.	ПК-10, ПК-18, ПК-19
	Тема 2. Теоретические основы хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса.	1	Теоретические основы хроматографии.	Коэффициент распределения, удерживаемый объем и время удерживания, коэффициент емкости, селективность и эффективность, коэффициент разделения. Разрешение в хроматографии, концепция теоретических тарелок. Изотермы сорбции, зависимость формы пика от вида изотермы сорбции. Хроматографические размывания («хвосты»). Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в неподвижной и подвижной фазах).  Выбор параметров хромато-	ПК-10, ПК-18, ПК-19

				графического определения. Идентификация веществ, количественный анализ, методы количественного анализа.	
	Тема 3. Газо-адсорбционная и газожидкостная хроматографии.	1	Основы газо-адсорбционной и газожидкостной хроматографии	Аппаратура, подвижные, неподвижные фазы. Колонки и техника их заполнения, термостаты, газы-носители, сорбенты с химически привитыми органическими фазами.	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>
	Тема 4. Жидкостная хроматография.	1	Принципы метода и решаемые задачи высокоэффективной жидкостной хроматографии.	Сущность метода, особенности механизма удерживания молекул. Механизмы разделения в жидкостной хроматографии: адсорбционный, распределительный, ионообменный. Практическое применение. Ионная хроматография. Принцип метода, решаемые задачи высокоэффективной жидкостной хроматографии. Сорбенты в ВЭЖХ. Силикагель и его структура. Оксид алюминия и другие сорбенты. Подвижная фаза, элюотропные ряды. Изократическое и градиентное элюирование. Нормально-фазовая и обращенно-фазовая варианты жидкостной хроматографии. Ион-парная хроматография и ее практическое применение. Лигандообменная хроматография и ее практическое применение. Жидкость-жидкостная хроматография и ее практическое применение.	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>
	Тема 5. Хромато-масс-спектрометрия	1	Сочетание методов хроматографии и масс-спектрометрии в один метод - хромато-масс-спектрометрия	Введение в масс-спектрометрию. Физические и химические принципы метода. Типы масс-спектрометров. Классификация Система ввода образца. Хромато-масс-спектрометрия (GC/MS). Жидкостная хроматография-масс-спектрометрия (LC/MS). Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Практические основы интерпретации масс-	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>

				спектров. Основные направления фрагментации важнейших классов органических соединений. Количественный масс-спектрометрический анализ.	
--	--	--	--	---	--

**6. Содержание семинарских, практических занятий .**

Учебным планом профиля Химическая технология органических веществ проведение семинарских и практических занятий по дисциплине Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии -не предусмотрено

**7. Содержание лабораторных занятий.**

Учебным планом подготовки бакалавров предусмотрено проведение лабораторных занятий по дисциплине «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии»

*Цель проведения лабораторных занятий* – освоение лекционного материала, касающегося вопросов, связанных с грамотным выполнением основных приемов количественного и качественного анализа методами хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием компьютерной техники.

**Содержание лабораторных занятий**

№ /п	Раздел дисциплины	Часы	Тема лабораторной работы	Краткое содержание	Формируемые компетенции
1	Тема 3. Газо-адсорбционная и газожидкостная хроматографии Лабораторная работа №1	1	Установления строения органических соединений с помощью газожидкостной хроматографии	Изучение хроматограмм смесей искусственных смесей низших спиртов, их расшифровка и установление структуры органического соединения. Оформление результатов работы	ПК-10, ПК-18, ПК-19
2	Тема 4. Жидкостная хроматография.	1	Установления строения органических соединений с помощью жидкостной хроматографии	Анализ смесей органических соединений с использованием жидкостной хроматографии. Расшифровка хроматограммы и идентификация органических соединений. Оформление результатов работы.	ПК-10, ПК-18, ПК-19
3	Тема 5. Хромато-масс-спектрометрия	1	Установления строения органических соединений с помощью хромато-масс-спектрометрии	Исследование масс-спектров спектров индивидуальных органических соединений алифатического и ароматического рядов в режиме хромато-масс-спектрометрии. Расшифровка масс-спектров и установление структуры органического соединения. Оформление результатов работы.	ПК-10, ПК-18, ПК-19

4	Тема 5 Хромато-масс-спектрометрия.	2	Идентификация продуктов нефтехимического синтеза методом хромато-масс-спектрометрии	Анализ экспериментальных данных образцов автомобильных бензинов с использованием хромато-масс-спектрометрии. Компьютерная обработка хроматограмм и масс-спектров органических соединений. Оформление результатов работы.	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>
---	------------------------------------	---	---	--	----------------------------

### 8. Самостоятельная работа бакалавра

Планируемое содержание самостоятельной работы бакалавра при изучении дисциплины «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии» представлено в таблице

Темы, выносимые на самостоятельную работу	Часы	Форма СРС	Формируемые компетенции
Тема 1. История развития хроматографического метода анализа. Основные понятия и определения	3	Изучение лекционного материала и рекомендуемой литературы; подготовка к лабораторным работам и оформления отчетов	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>
Тема 2. Теоретические основы хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса. Коэффициент распределения, удерживаемый объем и время удерживания, коэффициент емкости, селективность и эффективность, коэффициент разделения. Разрешение в хроматографии, концепция теоретических тарелок. Изотермы сорбции, зависимость формы пика от вида изотермы сорбции. Хроматографические размывания («хвосты»). Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в неподвижной и подвижной фазах). Выбор параметров хроматографическо-	4	Изучение лекционного материала и рекомендуемой литературы; подготовка к лабораторным работам и оформления отчетов	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>

го определения. Идентификация веществ, количественный анализ, методы количественного анализа.			
Тема 3 Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматографии. Аппаратура, подвижные, неподвижные фазы. Колонки и техника их заполнения, термостаты, газы-носители, сорбенты с химически привитыми органическими фазами	35	Изучение лекционного материала и рекомендуемой литературы; подготовка к лабораторным работам и оформления отчетов	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>
Тема 4 Жидкостная хроматография. Сущность метода, особенности механизма удерживания молекул. Механизмы разделения в жидкостной хроматографии: адсорбционный, распределительный, ионообменный. Практическое применение. Механизмы разделения в жидкостной хроматографии: адсорбционный, распределительный, ионообменный. Практическое применение. Ионная хроматография. Принцип метода, решаемые задачи высокоэффективной хроматографией	35	Изучение лекционного материала и рекомендуемой литературы; подготовка к лабораторным работам и оформления отчетов	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>
Тема 5 Содержание метода масс-спектрометрии Запись масс-спектра. Масс-спектры отдельных классов органических соединений. Типы ионов. Основные направления фрагментации. Типы масс-спектрометров. Классификация. Сравнение различных схем. Масс-спектрометрия в анализе следов органических веществ. Система ввода образца. Хроматомасс-спектрометрия (GC/MS). Жидкостная хроматография-масс-спектрометрия (LC/MS). Капиллярный электрофорез-масс-спектрометрия (CE/MS). Физические основы процесса масс-спектрометрического распада. Разделение и регистрация ионов. Магнитный секторный масс-спектрометр. Масс-спектрометрия высокого разрешения.	48	Изучение лекционного материала и рекомендуемой литературы; подготовка к лабораторным работам и оформления отчетов	<i>ПК-10, ПК-18, ПК-19</i>

**9. Использование рейтинговой системы оценки знаний.**

При оценке результатов деятельности студентов в рамках дисциплины «**Основы**

хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии» используется рейтинговая система. Рейтинговая оценка формируется на основании текущего и промежуточного контроля. Максимальное и минимальное количество баллов по различным видам учебной работы описано в Положении о балльно-рейтинговой системе.

Максимальное количество баллов – 60 (из них 10 баллов за лаб. работу и 20 баллов за контрольную работу). В результате максимальный текущий рейтинг составит 60 баллов. В итоге максимальный рейтинг за изучение дисциплины составляет 100 баллов. За эти контрольные точки студент может получить минимальное и максимальное количество баллов (см. таблицу).

<i>Оценочные средства</i>	<i>Кол-во</i>	<i>Min, баллов</i>	<i>Max, баллов</i>
<i>Лабораторная работа №1</i>	<i>1</i>	<i>6</i>	<i>10</i>
<i>Лабораторная работа №2</i>	<i>1</i>	<i>6</i>	<i>10</i>
<i>Лабораторная работа №3</i>	<i>1</i>	<i>6</i>	<i>10</i>
<i>Лабораторная работа №4</i>	<i>1</i>	<i>6</i>	<i>10</i>
<i>Контрольная работа</i>	<i>1</i>	<i>12</i>	<i>20</i>
<i>Экзамен</i>		<i>24</i>	<i>40</i>
<i>Итого:</i>		<i>60</i>	<i>100</i>

## **10. Информационно- методическое обеспечение дисциплины «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии»**

### **10.1 Основная литература**

При изучении дисциплины «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии» в качестве основных источников информации, рекомендуется использовать следующую литературу:

<b>Основные источники информации</b>	<b>Кол-во экз.</b>
1. Кузнецов И.Н. Научное исследование: Методика проведения и оформление.-2-е изд., перераб. и доп.- М.: Дашков и К, 2006.- 406 с.	50 экз. в УНИЦ КНИТУ
2. Органическая химия [Электронный ресурс] учеб. пособ. Для вузов: в 3т.Т.II/ В.Ф. Травень.-3-е изд.(эл.) М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013.- 368с. (Учебник для высшей школы)	ЭБС «Znanium.com»: <a href="http://znanium.com/bookread2.php?book=485774#">http://znanium.com/bookread2.php?book=485774#</a> Доступ из любой точки интернета после регистрации с IP-адресов КНИТУ
3. Молекулярная спектроскопия: основы теории и практика: учеб.пособ./под редакцией проф.Ф.Ф. Литвина – М.:ИНФРА-М, 2013.- 263с. (Высшее образование: Бакалавриат)	ЭБС «Znanium.com»: <a href="http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=352873">http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=352873</a> Доступ из любой точки интернета после регистрации с IP-адресов КНИТУ
4. Валова (Копылова), В.Д. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: Практикум / В. Д. Валова (Копылова), Е. И. Паршина. - М. : Издательско-	ЭБС «Znanium.com»: <a href="http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=430507">http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=430507</a> Доступ из любой точки интернета после регистрации с IP-адресов КНИТУ

торговая корпорация «Дашков и К<sup>о</sup>»,  
2013. - 200 с.

## 10.2 Дополнительная литература

В качестве дополнительных источников информации, рекомендуется использовать следующую литературу:

Дополнительные источники информации	Кол-во экз.
1 Кунакова Р.В., Зайнуллин А.К., Куковина О.С. Применение спектроскопии в органической химии. М.: Химия, 2007.- 272с.	1 экз. в УНИЦ КНИТУ
2. Идентификация органических соединений по данным ЯМР и ИК- спектроскопии: Метод. указ. Казан. гос. тех. ун-та. Сост. В.К.Кузьмин, А.И. Алехина.- 2010, 28с.	10 экз. в УНИЦ КНИТУ
3. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: шпаргалка. — М.: РИОР. — 176 с.	ЭБС «Znanium.com»: <a href="http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=614848">http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=614848</a> Доступ из любой точки интернета после регистрации с IP-адресов КНИТУ

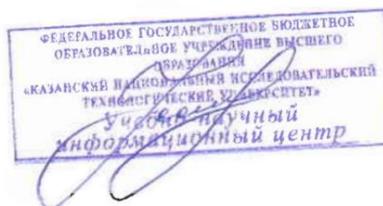
## 10.3 Электронные источники информации

При изучении дисциплины «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии» в качестве электронных источников информации, рекомендуется использовать следующие источники:

1. Научная Электронная Библиотека (НЭБ) – Режим доступа:<http://elibrary.ru>
2. ЭБС «Юрайт» – Режим доступа:<http://www.biblio-online.ru>
3. ЭБС «РУКОНТ» – Режим доступа:<http://rucont.ru>
4. ЭБС «IPRbooks» – Режим доступа:<http://www.iprbookshop.ru>
5. ЭБС «Лань» – Режим доступа:<http://e.lanbook.com/books/>
6. ЭБС «КнигаФонд» – Режим доступа:[www.knigafund.ru](http://www.knigafund.ru)
7. ЭБС «БиблиоТех» – Режим доступа:<https://kstu.bibliotech.ru>
8. ЭБС «Znanium.com» – Режим доступа: <http://znanium.com/books/>

Согласовано:

Зав. Сектором комплектования



Усольцева И.И.

### ***11. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины***

Оценочные средства для проведения текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации обучающихся и итоговой (государственной итоговой) аттестации разрабатываются согласно положению о Фондах оценочных средств, рассматриваются как составная часть рабочей программы и оформляются отдельным документом.

### ***12. Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля)***

В качестве материально-технического обеспечения дисциплины «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии» при проведении лабораторных занятий используется оборудование: Хромато-масс –спектрометр DFS Thermo Electron Corporation (ИОФХ им. А.Е.Арбузова КНЦ РАН), жидкостной хроматограф Agilent Technologies 1260 Infinity («Комплексной лаборатории по изучению структуры и состава веществ» КНИТУ), хромато-масс-спектрометр Хроматэк-Кристалл-ГХ-МС DSQ (Кафедра ТООНС КНИТУ).

Бакалавры обеспечиваются руководством по эксплуатации оборудования, и методическими указаниями по оформлению отчетов.

### ***13. Образовательные технологии***

Согласно учебному плану предусмотрено 5 часов интерактивной формы обучения. При изучении дисциплины «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии» лабораторный практикум проводится на кафедре ТООНС. При изучении дисциплины «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии» в качестве средств визуализации информации используется ознакомление с жидкостным хроматографом и хромато-масс-спектрометром. В рамках учебного курса предусматривается проведение мастер-классов ведущими специалистами ИОФХ им. А.Е.Арбузова КНЦ РАН. Количество интерактивных часов составляет 5.

## Лист переутверждения рабочей программы

Рабочая программа по дисциплине Б.1.В.ДВ.11.2 «Основы хромато-масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии»

По направлению 18.03.01 – «Химическая технология»

для профиля подготовки «Химическая технология органических веществ»

для набора обучающихся 2019 года заочной формы обучения

пересмотрена на заседании кафедры «Технологии основного органического и нефтехимического синтеза»

№ п/п	Дата переутверждения РП	Наличие изменений	Наличие изменений в списке литературы	Подпись разработчика РП	Подпись заведующего кафедрой	Подпись начальника УМЦ/ОМг/ОАиД
1.	протокол заседания кафедры №12 от 02.07.2019	Нет/есть*	Нет/есть			

\* Внесены дополнения в пункт Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля):

в учебном процессе используется лицензированное свободно распространяемое программное обеспечение - MS Office 2007 Russian

Пункт Профессиональные базы данных и информационные справочные системы:

• elibrary.ru