

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии
высокочистых веществ им. Г.Г.Девятых Российской академии наук

ПРИНЯТО

Ученым советом ИХВВ РАН

Протокол № 6 от « 01 » 06 2015 г.

Ученый секретарь, д.х.н. Лазукина О.П.

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИХВВ РАН

академик Чурбанов М.Ф.

«01» 06 2015 г.

**Рабочая программа дисциплины
Методы аналитического концентрирования примесей**

Направление подготовки
04.06.01 «Химические науки»

Направленность подготовки
02.00.02 «Аналитическая химия»
»

Квалификация выпускника
Исследователь. Преподаватель-исследователь

Форма обучения

Нижний Новгород
2015

1. Место дисциплины (модуля) в структуре основной образовательной программы (ООП)

Дисциплина «Методы аналитического концентрирования примесей» является обязательной дисциплиной.

Дисциплина основывается на знаниях, навыках и умениях, приобретенных в результате освоения теоретических основ аналитической химии, а также теоретических основ инструментальных методов анализа. Успешному освоению дисциплины сопутствует параллельное применение полученных знаний при написании кандидатской диссертации.

Для успешного освоения дисциплины аспирант должен:

- знать основы инструментальных методов анализа;
- проводить самостоятельный поиск химической информации с использованием различных источников (научных изданий, компьютерных баз данных, ресурсов Internet).

Изучение дисциплины «Методы аналитического концентрирования примесей» необходимо при подготовке аспиранта к сдаче кандидатского экзамена по специальности, а также при выборе методов исследования в ходе научно–исследовательской работы аспиранта при написании диссертации.

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения ОПОП (компетенциями выпускников)

Таблица 1

Планируемые результаты обучения по дисциплине

| Код формируемой компетенции | Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), характеризующие этапы формирования компетенций |
|------------------------------------|--|
| ПК 4 | <i>Знать:</i> основные приемы химического эксперимента, инструментальные аналитические методы исследования объектов окружающей среды и технологических сред. <i>Уметь:</i> осуществлять исследования объектов окружающей среды и технологических сред. <i>Владеть:</i> Навыками разработки принципов анализа объектов окружающей среды и технологических сред. |
| ПК 6 | <i>Знать:</i> технические характеристики учебно-научной аппаратуры для проведения химических экспериментов. <i>Уметь:</i> осуществлять документирование результатов экспериментальных и теоретических исследований в соответствующей профессиональной области. <i>Владеть:</i> навыками разработки, согласования и утверждения технической документации различного уровня сложности (отчеты, методики, программы испытаний, лабораторные регламенты, технические условия и др.). |

3. Структура и содержание дисциплины

Объем дисциплины составляет 5 зачетных единиц, всего 180 часов, из которых 72 часа составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (72 часа лекции), 108 часов составляет самостоятельная работа обучающегося.

Таблица 2

Структура дисциплины

| Наименование раздела дисциплины | Всего, часов | В том числе | | | | | Самостоятельная работа обучающегося, часов | |
|--|--------------|--------------------------|---------------------------|----------------------------|--------------|-----------|--|--|
| | | Контактная работа, часов | | | | | | |
| | | Занятия лекционного типа | Занятия семинарского типа | Занятия лабораторного типа | Консультации | Всего | | |
| Теоретические основы концентрирования | 90 | 36 | - | - | - | 36 | 36 | |
| Методы концентрирования | 90 | 36 | - | - | - | 36 | 72 | |
| Аттестация по дисциплине: зачет | | | | | | | | |
| Итого | 180 | 72 | - | - | - | 72 | 108 | |

3.1. Содержание разделов дисциплины

Раздел 1. Теоретические основы концентрирования

Одноступенчатые и многоступенчатые процессы разделения. Константы распределения. Коэффициент распределения. Степень извлечения. Фактор разделения. Коэффициент концентрирования.

Раздел 2. Методы концентрирования

1. Основные методы разделения и концентрирования, их роль в химическом анализе.
2. Классификация методов концентрирования.
3. Метод экстракции. Теоретические основы метода. Закон распределения. Классификация экстракционных процессов.
4. Характеристика основных экстракционных систем
5. Варианты экстракционных процессов, используемых в аналитической практике.
6. Дистилляционные методы концентрирования примесей: простая перегонка, ректификация, молекулярная дистилляция.
7. Ректификации, как эффективный многоступенчатый метод концентрирования примесей. Его преимущества и недостатки.
8. Зонная плавка. и направленная кристаллизация.
9. Методы осаждения и соосаждения. Органические и неорганические реагенты для осаждения.
10. Сорбционные методы концентрирования примесей
11. Сублимация метод концентрирования примесей.
12. Химические транспортные реакции для концентрирования примесей.

13. Мембранные методы концентрирования примесей.
14. Термодиффузия
15. Электрохимические методы концентрирования примесей.
16. Фильтрация.

4. Образовательные технологии

Для достижения планируемых результатов обучения, в дисциплине используются различные образовательные технологии:

- информационно-развивающие технологии (самостоятельное изучение литературы, применение новых информационных технологий для самостоятельного пополнения знаний, включая использование технических и электронных средств информации);
- деятельностные практико-ориентированные технологии (анализ, сравнение методов проведения химических и физико-химических исследований, выбор метода, в зависимости от объекта исследования в конкретной ситуации и его практическая реализация);
- развивающие проблемно-ориентированные технологии (учебные дискуссии, коллективная мыслительная деятельность, решение задач повышенной сложности).

5. Формы организации и контроля самостоятельной работы обучающихся

Целью самостоятельной работы является овладение навыками работы с литературой (в читальном зале библиотеки, с доступом к ресурсам Интернет), более углубленное изучение отдельных разделов дисциплины при выполнении индивидуальных заданий. Самостоятельная работа подкрепляется учебно-методическим и информационным обеспечением, включающим учебники, учебно-методические пособия, конспекты лекций.

Текущий контроль успеваемости осуществляется в форме опроса.

Итоговый контроль по данному курсу проводится в виде зачета на знание материала по контрольным вопросам.

Контрольные вопросы для зачета:

1. Роль методов разделения и концентрирования в химическом анализе.
2. Особенности методов аналитического концентрирования.
3. Область применения метода экстракции.
4. Основные характеристики экстракционных систем.
5. Область применения дистилляционных методов концентрирования примесей.
6. Эффективность многоступенчатых методов концентрирования примесей.
7. Кристаллизационные методы концентрирования примесей.
8. Возможности методов осаждения и соосаждения.
9. Основные характеристики сорбционных методов концентрирования примесей.
10. Область применения сублимационного метода концентрирования примесей. Основные характеристики метода.
11. Применение химических реакций для концентрирования примесей. Требования к реагентам.
12. Концентрирование молекулярных примесей мембранными методами.
13. Методы изотопного концентрирования примесей.
14. Возможности и ограничения электрохимических методов концентрирования примесей.
15. Концентрирование негомогенных примесей.
16. Константы распределения. Коэффициент распределения. Степень извлечения. Фактор разделения. Коэффициент концентрирования.

6. Фонд оценочных средств для аттестации по дисциплине

6.1. Перечень компетенций выпускников образовательной программы с указанием результатов обучения (знаний, умений, владений), характеризующих этапы их формирования

Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования приведен в приложении 1.

6.2. Критерии и процедуры оценивания результатов обучения по дисциплине. Описание шкал оценивания

Уровень освоения учебной дисциплины обучающимися определяется следующими оценками: «зачтено», «не зачтено».

Оценка «зачтено» предполагает:

- хорошее знание основных терминов и понятий курса;

- последовательное изложение материала;

- умение формулировать некоторые обобщения по теме вопросов;

- достаточно полные ответы на вопросы при сдаче зачета;

- умение использовать фундаментальные понятия из базовых естественнонаучных и общепрофессиональных дисциплин при ответе на зачете.

- оценка «не зачтено» предполагает:

- неудовлетворительное знание основных терминов и понятий курса;

- отсутствие логики и последовательности в изложении материала;

- неумение формулировать отдельные выводы и обобщения по теме вопросов;

- неумение использовать фундаментальные понятия из базовых естественнонаучных и общепрофессиональных дисциплин при ответах на зачете.

6.3. Примеры типовых контрольных заданий или иных материалов, необходимых для оценки результатов обучения, характеризующих сформированность компетенций.

Уровни освоения дисциплины оцениваются согласно требованиям, изложенными в паспорте каждой из указанных компетенций, где указаны критерии оценивания результатов обучения и Планируемые результаты обучения.

Контрольные вопросы к зачету:

1. Роль методов разделения и концентрирования в химическом анализе (ПК 4).
2. Особенности методов аналитического концентрирования (ПК 4).
3. Область применения метода экстракции (ПК 4).
4. Основные характеристики экстракционных систем (ПК 6).
5. Область применения дистилляционных методов концентрирования примесей (ПК 4).
6. Эффективность многоступенчатых методов концентрирования примесей (ПК 4).
7. Кристаллизационные методы концентрирования примесей (ПК 4).
8. Возможности методов осаждения и соосаждения..
9. Основные характеристики сорбционных методов концентрирования примесей (ПК 6)

10. Область применения сублимационного метода концентрирования примесей. Основные характеристики метода (ПК 6).
11. Применение химических реакций для концентрирования примесей. Требования к реагентам (ПК 6)
12. Концентрирование молекулярных примесей мембранными методами (ПК 4).
13. Методы изотопного концентрирования примесей (ПК 4).
14. Возможности и ограничения электрохимических методов концентрирования примесей (ПК 4).
15. Концентрирование негомогенных примесей (ПК 4).
16. Константы распределения. Коэффициент распределения. Степень извлечения. Фактор разделения. Коэффициент концентрирования (ПК 4)

7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля)

Основная литература:

1. Москвин Л.Н.Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. – М.: Интеллект, 2012 **в бумажном и электронном виде**
2. Клаасен К.Основы измерений. Датчики и электронные приборы. – М.: Интеллект, 2012 г. **в бумажном виде**
3. Акинин Н.И.Промышленная экология: принципы, подходы, технические решения. – М.: Интеллект, 2011 г. **в бумажном виде**
4. Уайтхауз Д. Метрология поверхностей. Принципы, промышленные методы и приборы. - Изд.дом «Интеллект», 2009 **в бумажном виде**
5. Хайвер К., Ньютон Б., Сандра П., Уилсон М., Смит Э.Б., Снайдер У.Д., Гудли П., Лейбранд Р., Филиппс Р. Дж., Гирхарт Р., Сандерс У. Дж. Высокоэффективная газовая хроматография: Пер. с англ. /Под ред. К. Хайвера. – М.: Мир, 1993. **Т.1 и Т.2. в бумажном виде**
6. Золотов Ю.А., ред. Основы аналитической химии. Практическое руководство. М.: Высш. шк., 2003 **в бумажном виде 6 экз.**
7. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК Количествоное описание неопределенности в аналитических измерениях. - 2-е изд. СПб.: ВНИИМ, 2002 **в бумажном виде 5 экз.**
8. Дворкин В.И. Метрология и обеспечения качества количественного химического анализа. М.: Химия, 2001 **в бумажном виде 2 экз.**
9. Дёрффель К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994 **в бумажном и электронном виде**
10. Кельнер Р. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Т.1, Т.2. М.: Мир, 2004 **в бумажном и электронном виде**
11. Янсон Э.Ю. Теоретические основы аналитической химии: Учеб. пос., 1980 **в бумажном виде**
12. Ras M. R., Borrull F., Marce R. M. Sampling and preconcentration techniques for determination of volatile organic compounds in air samples // Trends in Analytical Chemistry. 2009. Vol. 28, № 3. P. 347–361. [Электронный ресурс]:
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165993608002380>. Доступна по этой ссылке
13. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс] / Харитонов Ю.Я. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2003. **В электронном виде**
14. Эколо-аналитический мониторинг стойких органических загрязнителей [Электронный ресурс] / В.Н. Майстренко, Н.А. Клюев. — 3-е изд. (эл.). — М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. **В электронном виде**
15. Калмановский В.И. Методическое руководство по курсу Метрология для химиков. – Нижний Новгород, 2006 43 экз. **в бумажном виде**

Дополнительная литература:

1. Жидкофазное микроэкстракционное концентрирование примесей / Крылов В.А., Крылов А.В., Мосягин П.В., Маткивская Ю.О. // Журнал аналитической химии. 2011. Т. 66. № 4. С. 341 – 360. [Электронный ресурс]: <http://elibrary.ru/download/54661843.pdf> в наличии
2. Развитие методов концентрирования микрокомпонентов в России (1991-2010 гг.) / Цизин Г.И. // Журнал аналитической химии, Т. 66, № 11, 2011, с. 1135-1143. [Электронный ресурс]: <http://elibrary.ru/download/63144662.pdf> в наличии
3. ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007. Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубы с последующей термодесорбцией и газохроматографическим анализом на капиллярных колонках. Часть 1. Отбор проб методом прокачки. М.: Стандартинформ. 32 с. **В электронной форме**
 4. Катеман Г. Пийперс Ф.В. Контроль качества химического анализа./Пер. с англ. Челябинск: Металлургия, 1989 **в бумажном виде**
 5. Васильев В.П. Морозова Р.П. Кочергина Л.А. Практикум по аналитической химии: Уч. Для вузов М.: Химия, 2000 **в электронном виде**
 6. Калмановский В.И. Метрология для химиков: Учебное пособие. - Нижний Новгород, изд. Ю.А. Николаев, 2007 **в бумажном виде 6 экз.**
 7. Дорохова Е.Н. Прохорова Г.В. Задачи и вопросы по аналитической химии. М.: Мир, 2001 **в бумажном виде**
 8. Дворкин В.И., Болдырев И.В. Понятие неопределенности и его использование в лабораторной практике [Электронный ресурс]: qcontrol.ru/documents/uncertainty_dv_bold_.doc в **электронной форме**

в) Программное обеспечение и Интернет-ресурсы:

<http://elibrary.ru>

<http://нэб.рф>

<http://info.sciencedirect.com/techsupport/journals/freedomcoll.htm>

<http://www.elsevier.com/solution/sciencedirect/content/book-title-lists>

Pure and Applied Chemistry [Электронный ресурс]: <http://www.iupac.org/publications/pac/index.html#fsc>.

The American Chemical Society (ACS) [Электронный ресурс]: <http://www.pubs.acs.org>.

Журналы Elsevier [Электронный ресурс]: <http://www.sciencedirect.com/science/journals>

Локальные базы данных: система ГАРАНТ/Консультант плюс. [Электронный ресурс]: <http://www.lib.unn.ru/eresources.html>.

Козлов М.Г. Метрология и стандартизация [Электронный ресурс]: <http://www.hi-edu.ru/e-books/xbook109/01/index.html> доступна по ссылке

Гармаш А.В., Сорокина Н.М. Метрологические основы аналитической химии [Электронный ресурс]: <http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/analyt/garmash.pdf>,
www.students.chemport.ru/materials/md/chemmetr.pdf доступна по ссылке

2) периодические издания:

1. Доклады Академии наук
2. Журнал аналитической химии
3. Журнал неорганической химии
4. Журнал физической химии
5. Заводская лаборатория

6. Известия ВУЗ: Материалы электронной техники
7. Квантовая электроника
8. Коллоидный журнал
9. Масс-спектрометрия
10. Металлы
11. Мир измерений
12. Неорганические материалы
13. Оптика и спектроскопия
14. Оптический журнал
15. Перспективные материалы
16. Теоретические основы химической технологии
17. Успехи химии
18. Физика и химия стекла
19. Фотоника
20. Химия и жизнь
21. Энциклопедия инженера-химика

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

- Ноутбук, медиа-проектор, экран.
- Программное обеспечение для демонстрации слайд-презентаций.

Программа составлена в соответствии с требованиями следующих нормативных документов:

1. Федеральный государственный образовательный стандарт высшего образования по направлению подготовки 04.06.01. Химические науки (уровень подготовки кадров высшей квалификации) - приказ Минобрнауки России от 30.07.2014 № 869.
2. Паспорт специальности - паспорт научной специальности 02.00.02 – «Аналитическая химия», разработанный экспертами ВАК Минобрнауки России в рамках Номенклатуры специальностей научных работников, утвержденной приказом Минобрнауки России от 25.02.2009 г. № 59.

Автор:

Зав.ЛАХВВ, к.х.н.

Пименов В.Г.

Рецензент:

Зав.ЛФМИВВ, к.х.н.

Потапов А.М.

Карты компетенций, в формировании которой участвует дисциплина**ПК-4**

| Планируемые результаты обучения (показатели достижения заданного уровня освоения компетенций) | Критерии оценивания результатов обучения | | | | |
|--|---|--|--|--|--|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| ЗНАТЬ: основные приемы химического эксперимента, инструментальные аналитические методы исследования объектов окружающей среды и технологических сред | Отсутствие знаний | Фрагментарные представления об основных приемах химического эксперимента, инструментальных аналитических методах исследования объектов окружающей среды и технологических сред | Неполные знания об основных приемах химического эксперимента, инструментальных аналитических методах исследования объектов окружающей среды и технологических сред | В целом полные, но содержащие определенные пробелы знания об основных приемах химического эксперимента, инструментальных аналитических методах исследования объектов окружающей среды и технологических сред | Полные и системные знания об основных приемах химического эксперимента, инструментальных аналитических методах исследования объектов окружающей среды и технологических сред |
| УМЕТЬ: осуществлять исследования объектов окружающей среды и технологических сред | Отсутствие умений | Частично сформированные умения об осуществлении исследований объектов окружающей среды и технологических сред | В целом успешные, но не систематическое умение об осуществлении исследований объектов окружающей среды и технологических сред | В целом успешное, но содержащее определенные пробелы умение об осуществлении исследований объектов окружающей среды и технологических сред | Успешное и систематическое использование навыков осуществления исследований объектов окружающей среды и технологических сред |
| ВЛАДЕТЬ: Навыками разработки принципов анализа объектов окружающей среды и технологических сред | Отсутствие навыков | Фрагментарное применение навыков разработки принципов анализа объектов окружающей среды и технологических сред | В целом успешное, но не систематическое применение навыков разработки принципов анализа объектов окружающей среды и технологических сред | В целом успешное, но содержащее определенные пробелы применение навыков разработки принципов анализа объектов окружающей среды и технологических сред | Успешное и систематическое применение навыков разработки принципов анализа объектов окружающей среды и технологических сред |

ПК-6

| Планируемые результаты обучения (показатели достижения заданного уровня освоения компетенций) | Критерии оценивания результатов обучения | | | | |
|---|--|---|--|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| ЗНАТЬ: технические характеристики учебно-научной аппаратуры для проведения химических экспериментов | Отсутствие знаний | Фрагментарные знания о технических характеристиках учебно-научной аппаратуры для проведения химических экспериментов | Неполные знания о технических характеристиках учебно-научной аппаратуры для проведения химических экспериментов | Сформированные, но содержащие определенные пробелы знания о технических характеристиках учебно-научной аппаратуры для проведения химических экспериментов | Сформированные систематические знания о технических характеристиках учебно-научной аппаратуры для проведения химических экспериментов) |
| УМЕТЬ: осуществлять документирование результатов экспериментальных и теоретических исследований в соответствующей профессиональной области | Отсутствие умений | Частично освоенное умение осуществлять документирование результатов экспериментальных и теоретических исследований в соответствующей профессиональной области | В целом успешное, но не систематическое умение осуществлять документирование результатов экспериментальных и теоретических исследований в соответствующей профессиональной области | В целом успешное, но содержащее определенные пробелы умение осуществлять документирование результатов экспериментальных и теоретических исследований в соответствующей профессиональной области | Полностью сформированное и системное умение осуществлять документирование результатов экспериментальных и теоретических исследований в соответствующей профессиональной области |
| ВЛАДЕТЬ: навыками разработки, | Отсутствие навыков | Фрагментарное применение навыков разработки, | В целом успешное, но не систематическое применение навыков | В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы применение | Успешное и систематическое применение навыков |

