

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна»
(СПбГУПТД)

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВШТЭ



Рабочая программа дисциплины

Б1.О.12

Современные методы анализа в химии древесины, органических и
высокомолекулярных соединений

Учебный план: ФГОС3++m180401. 2-1_26-12.plx

Кафедра: 23 Технологии целлюлозы и композиционных материалов

Направление подготовки:
(специальность) 18.04.01 Химическая технология

Профиль подготовки:
(специализация) Химическая технология высокомолекулярных соединений

Уровень образования: магистратура

Форма обучения: очная

План учебного процесса

Семестр (курс для ЗАО)		Контактная работа обучающихся		Сам. работа	Контроль, час.	Трудоё мкость, ЗЕТ	Форма промежуточной аттестации
		Лекции	Практ. занятия				
2	УП	34	17	20,75	0,25	2	Зачет
	РПД	34	17	20,75	0,25	2	
Итого	УП	34	17	20,75	0,25	2	
	РПД	34	17	20,75	0,25	2	

Рабочая программа дисциплины составлена в соответствии с федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования по направлению подготовки 18.04.01 Химическая технология, утверждённым приказом Минобрнауки России от 07.08.2020 г. № 910

Составитель (и):

Кандидат химических наук, профессор

Пранович А.В.

От кафедры составителя:

Заведующий кафедрой технологии целлюлозы и композиционных материалов

Аким Э.Л.

От выпускающей кафедры:

Заведующий кафедрой

Демьянцева Е.Ю.

Методический отдел:

Фахретдинова А. Р.

1 ВВЕДЕНИЕ К РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЕ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1 Цель дисциплины: подготовка выпускника со сформированным набором универсальных и профессиональных компетенций. Формируемый уровень компетенций позволяет осуществлять квалифицированные трудовые функции профессионального стандарта в широкой области современных технологий переработки растительного сырья, соответствующего профессиональной деятельности выпускников.

1.2 Задачи дисциплины:

1. Получение базовых и систематических знаний о современных методах анализа в области химии и технологии переработки растительного сырья для существующих и перспективных производств.
2. Формирование компетенции по выбору метода анализа и начальных практических навыков обработки и оценки полученных аналитических результатов.

1.3 Требования к предварительной подготовке обучающегося:

Предварительная подготовка предполагает создание основы для формирования компетенций, указанных в п. 2, при изучении дисциплин:

2 КОМПЕТЕНЦИИ ОБУЧАЮЩЕГОСЯ, ФОРМИРУЕМЫЕ В РЕЗУЛЬТАТЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

ОПК-1: Способен организовывать самостоятельную и коллективную научно-исследовательскую работу, разрабатывать планы и программы проведения научных исследований и технических разработок
Знать: основные физико-химические характеристики высокомолекулярных компонентов растительного происхождения
Уметь: планировать подготовку пробы для анализа основных и побочных компонентов химической переработки биополимеров
Владеть: системным подходом при разработке оптимальных аналитических решений для исследовательских и технологических задач
ОПК-2: Способен использовать современные приборы и методики, организовывать проведение экспериментов и испытаний, проводить их обработку и анализировать их результаты
Знать: область применения, преимущества и ограничения классических и современных методов анализа растительного сырья
Уметь: выбрать оптимальный метод и условия эксперимента для анализа высокомолекулярных соединений и побочных продуктов, типичных для химической переработки растительного сырья
Владеть: навыками обработки хроматограмм ручным методом, использованием специализированного программного обеспечения; предоставления полученных результатов анализа

3 СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Наименование и содержание разделов, тем и учебных занятий	Семестр (курс для ЗАО)	Контактная работа		СР (часы)	Форма текущего контроля
		Лек. (часы)	Пр. (часы)		
Раздел 1. Открытие и значение метода хроматографии	2				О
Тема 1. Методы разделения, исследования и анализа сложных смесей веществ существовавшие до открытия хроматографии. Природные и искусственные полимеры, композиты, белки и тд. Открытие метода хроматографии Михалом Семеновичем Цветом для разделения хлорофиллинов от ксантофиллинов. Неподвижная и подвижная фазы, элюент, элюат. Развитие хроматографических методов разделения и анализа до настоящего времени. Значение хроматографии для химической технологии высокомолекулярных соединений		2		1	
Тема 2. Определение хроматографии. Области применения хроматографии. Принцип хроматографического разделения. Классификация основные хроматографических методов по признаку природы явлений, лежащих в основе разделения. 1. Адсорбционная хроматография: природа адсорбции, адсорбенты, изократическое и градиентное элюирование компонентов, элюотропные серии. 2. Распределительная хроматография: распределение компонентов на границе раздела фаз, константа распределения, полярная/неполярная неподвижная/подвижная фазы. 3. Молекулярно-ситовая хроматография: механизм разделения компонентов, гель-фильтрация, эффекты Доннана. 4. Ионообменная хроматография: диссоциирующие компоненты пробы, анионно- и катионнообменные неподвижные фазы, типичные ионные соединения в продуктах химической переработки древесины, механизм разделения смеси анионов на катионной неподвижной фазе при повышении ионной силы элюента. Классификация хроматографических методов: 1. по геометрии сорбционного слоя неподвижной фазы (сухие колонки), 2. по признаку природы явлений, лежащих в основе разделения, 3. по признаку агрегатного состояния неподвижной и подвижной фаз, 4. Классификация на основе методики проведения анализа: фронтальный, проявительный (элюентный), вытеснительный способы.		4		5	

Тема 3. Газо-жидкостная хроматография. Определение. Хроматограмма, пик, основные характеристики хроматографического пика. Типичная комплектация газового хроматографа. Упрощенная схема газового хроматографа. Типы газов, используемых в газовой хроматографии. Подключение газа-носителя. Ввод пробы: 1. кран-дозатор, устройство и принцип работы; 2. Испаритель, устройство и принцип работы, микрошприц. Производные для анализа нелетучих компонентов. Колонки для газовой хроматографии: 1. насадочные и 2. капиллярные колонки. Типы капиллярных колонок. Сравнение насадочных и капиллярных колонок. Твердый носитель для неподвижной жидкой фазы. Неподвижные жидкие фазы: примеры. Сравнение неполярной и полярной жидких фаз. Примеры применения неподвижных жидких фаз. Изотермическая и программируемая температура термостата колонки. Влияние температуры колонки на время удерживания и разделение компонентов пробы. Детекторы: пламенно-ионизационный (ПИД), устройство и принцип работы, область применения детектора; по теплопроводности (катарометр), устройство и принцип работы, область применения; масс-спектрометрический, устройство и принцип работы, фрагментация молекул электронным ударом, масс-спектр анализируемого компонента. Выделение разделенных компонентов для их последующего анализа. Примеры хроматограмм: экстрактивные вещества древесины, свободные сахара, сахара после кислотного гидролиза или кислотного метанолиза, уксусная и муравьиная кислоты, спирты, летучие соединения.		6			
---	--	---	--	--	--

Тема 4. Жидкостная хроматография. Определение. Колоночная (классическая) хроматография, примеры. Планарная: тонкослойная/бумажная хроматография ТСХ/БХ. Методика разделения компонентов пробы методом ТСХ, оценка результатов ТСХ анализа. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Устройство и блок-схема ВЭЖХ. Методы дегазирования элюента. Способы элюирования, программирование градиента высокого давления. Насосы высокого давления: диафрагменный, пневматический, шприцевой. Схема и принцип работы одинарного поршневого (возвратно-поступательного) насоса непрерывного действия. Пробоподготовка и ввод пробы краном-дозатором. Типы колонок, предколонки. Типы насадок колонок, сферические и нерегулярные частицы насадок, выбор механизма разделения компонентов пробы. Термостатирование колонки, влияние температуры на разделение компонентов. Основные факторы, повышающие эффективность ВЭЖХ. Детекторы: Ультрафиолетовый с фиксированной и изменяемой длиной волны, устройство и принцип работы. Дифференциальный рефрактометр, устройство и принцип работы. Другие типы детекторов: электропроводности, флюоресцентный и многоугольного светорассеяния детекторы. Примеры хроматограмм. Молекулярно-ситовая ВЭЖХ экстрактивных веществ волокон вторичной переработки древесины, продуктов автогидролиза галактоглоукоманнана и целлюлозы. Ионная ВЭЖХ продуктов деградации пектина.		4			
Раздел 2. Универсальные методики: микроэкстракция, аналитический пиролиз и термический хемолиз, молекулярно-ситовый анализ					
Тема 5. Твердофазная микроэкстракция (ТФМЭ) или Solid-Phase Micro-Extraction (SPME) Новая универсальная методика для анализа летучих органических соединений: метанола, терпенов, пахнущих компонентов и проч. Этапы аналитического определения. Типы и просхождение проб при переработке растительного сырья. Предварительная обработка/подготовка образца. Экстракция. Типы твердофазной экстракции. Твердофазная микроэкстракция (ТФМЭ), устройство ТМФЭ волокна. Процедура экстракции и ввода пробы с использованием ТФМЭ. Supelco ТФМЭ/ВЭЖХ интерфейс для ввода проб, взятых из водных образцов. Типы покрытия поверхности ТФМЭ волокон и их сравнение. Важные параметры ТФМЭ метода. Примеры анализа с использованием ТФМЭ. Анализ метанола в ТММ/ХТММ воде методом ГЖХ с использованием ТФМЭ. Источник метанола из древесины в условиях производства механической массы. Деметилирование пектинов. Природа возникновения заряда на ТММ/ХТММ волокне. Влияние заряда на элементы клеточной стенки волокна и процесс дефибрилляции древесины. ТФМЭ для определения содержания летучих веществ в древесине. Определение содержания гексаналя в березовой целлюлозе и бумаге методом ТФМЭ. Другие примеры анализа летучих (техника анализа капли).	3		2		О

Тема 6. Аналитический пиролиз и термический хемолиз в сочетании с ГХ и ГХ-МС. Определение и область применения метода. Общая схема прибора для пиролитической газовой хроматографии. Типичная система прямого ввода продуктов пиролиза. Пиролитическая ячейка с резистивным нагревом (Pyroly) и ячейка на основе использования эффекта точки Кюри. Отличие газового хроматографа от газового хроматографа – масс-спектрометра (хромато-масс спектрометра). Принцип работы современного квадрупольного масс-спектрометра. Подготовка образцов для анализа. Предполагаемые разрывы основных типов связей между структурными единицами лигнина. Пирограмма лигнина механического размола. Общая ионная (TIC) и селективного иона хроматограмма (IC). Пирограммы образцов осадка, выделенного из сточной ТММ воды. Пиролиз лигнина до и после ацетилирования. Низкотемпературный термоактивированный гидролиз (хемолиз) и метилирование (ТГМ). Гидроксид тетраметиламмония. Предположительные реакции модельного димера при термохимическом разложении с гидроксидом тетраметиламмония связи β-O-4 в лигнине в щелочной среде. Пример анализа органических отложений целлюлозного производства		4		2	
Тема 7. Анализ растительных биополимеров методом молекулярно-ситовой хроматографии. Степень полимеризации – молярно-массовое распределение. Распределение молярной массы: статистические моменты. Средневзвешенная весовая и числовая молекулярная масса, дисперсия. Молекулярно-ситовая хроматография. Гель-проникающая и эксклюзионная хроматография. Колонки и калибровочные кривые. Анализ арабиногалактана лиственницы и других водорастворимых нецеллюлозных полисахаридов методом эксклюзионной хроматографии. Молекулярно-ситовая хроматография (МСХ) с детектором Много-Углового Рассеянного Света (МУРС). Абсолютная калибровка. Введение в светорассеяние. Изотропные и анизотропные рассеиватели. Принцип измерения много-углового рассеяния света. Практическое применение Цимм-уравнения для анализа полимеров в ВЭЖХ. МУРС и концентрационный детектор. Важные условия для анализа методом МСХ-МУРС. Показатель преломления и степень полимеризации. Хроматограмма пуллулана. Молярно-массовые характеристики фракций галактогломаннана из ели. Влияние природы растворителя на анализ галактогломаннана.		4		2	
Раздел 3. Классические и современные методы анализа составляющих древесины					Ко

Тема 8. Классические и современные методы анализа лигнина. Общий химический состав и гетерогенная структура древесины. Строение и распределение лигнина в древесине. Химическая микроскопия поверхности клеточной стенки: ВремяПролетная Масс-Спектроскопия Вторичных Ионов (ВП-МСВИ илиToF-SIMs). Методы количественного анализа. Прямые и неразрушающие методы анализа. Микроанализ с тиогликолевой кислотой и бромистым ацетилом. Методы структурного анализа. Молекулярно-массовые характеристики. Окислительные методы анализа. Дериватизация с последующим восстановительным расщеплением (DFRC). Ядерный магнитный резонанс. Анализ функциональных групп. Микроанализ ацетильных групп. Термогравиметрия (ТГ) и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Практическая работа: Обработка ГЖХ хроматограмм. Основные параметры пика. Расчет числа теретических тарелок. Качественный анализ. Методы идентификации компонентов. Время удерживания и индексы удерживания Ковача. Количественный анализ. Деконволюция частично разрешенных пиков. Производные хроматографического сигнала. Метод абсолютной калибровки. Метод нормализация площади пика. Метод внутреннего стандарта. Метод добавки стандарта.		4	4	2	
Тема 9. Анализ целлюлозы, гемицеллюлоз и пектинов: деполимеризация и хроматография. Методы деполимеризации. Неполная деполимеризация. Деградация моносахаридов. Дериватизация, преимущества и недостатки. Разделение и количественный анализ продуктов деполимеризации. Кислотный гидролиз: область применения и протокол пробоподготовки. Условия ГЖХ анализа. Кислотный метанализ: особенности метода, О-метилгликозиды. Приготовление безводного раствора HCl. Выбор внутреннего стандарта для ГЖХ анализа. Силилирование. Типичная хроматограмма. Определение содержания целлюлозы. Энзиматический гидролиз. Типы энзимов для анализа полисахаридов. Достоинства и недостатки различных методов анализа гемицеллюлоз и пектинов. Сравнение методов анализа полисахаридов в различных лабораториях. Анализ гесенуоновых кислот. Практическая работа: Программная симуляция газового хроматографа с капиллярной колонкой. Выбор температуры испарителя и детектора. Изотермический и программируемый профиль, начальная и конечная температура термостата колонки. Расход газа-носителя. Подбор условий оптимального разделения компонентов кислотного метанолиза пяти образцов древесины для достижения максимального разделения компонентов пробы.		3	4	2,75	

Тема 10. Симуляция ГПХ-МУРС анализа и применение программного обеспечения для анализа молекулярно-массовых характеристик целлюлозы и гемицеллюлоз. Детальный разбор подготовки пробы, протокол растворения целлюлозы. Условия анализа целлюлозы. ГПХ-МУРС хроматограммы образцов березовой и хвойной целлюлозы. Молекулярно-массовые характеристики березовой целлюлозы, последовательно экстрагированной раствором серной кислоты.			4	2	
Тема 11. Тонкослойная хроматография. Виды пластин. Техника нанесения пробы. Элюирование компонентов. Выбор элюента. Визуализация пятен. Расчет значения R _f . Оценка полученных результатов анализа.			5	2	
Итого в семестре (на курсе для ЗАО)		34	17	20,75	
Консультации и промежуточная аттестация (Зачет)		0,25			
Всего контактная работа и СР по дисциплине		51,25		20,75	

4 КУРСОВОЕ ПРОЕКТИРОВАНИЕ

Курсовое проектирование учебным планом не предусмотрено

5 БАЛЛЬНО-РЕЙТИНГОВАЯ СИСТЕМА ОЦЕНИВАНИЯ

Использование балльно-рейтинговой системы не предусмотрено.

6. ОПИСАНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ, КРИТЕРИЕВ, СИСТЕМЫ И СРЕДСТВ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОБУЧЕНИЯ

6.1 Показатели оценивания

Код компетенции	Показатели оценивания результатов обучения
ОПК-1	Анализирует поставленную задачу.
	Принимает обоснованные решения по выбору метода анализа
	Осуществляет подбор протокола подготовки пробы
ОПК-2	Разбирается в современных методах анализа растительного сырья. контролирует технологический процесс. Демонстрирует навыки владения метода расчета хроматограмм

6.2 Система и критерии оценивания

Шкала оценивания	Критерии оценивания сформированности компетенций	
	Устное собеседование	Письменная работа
Зачтено	Обучающийся выполнил практическое задание; ответил на вопросы преподавателя по всему материалу дисциплины, допуская незначительные ошибки в терминах и основных понятиях	
Не зачтено	Практическое задание не выполнено. На вопросы преподавателя по пройденному материалу дисциплины обучающийся отвечает с большими заминками и допуская грубые ошибки в терминах и определениях	

6.3 Типовые контрольные задания и/или иные материалы, используемые для оценки результатов обучения

6.3.1 Типовые контрольные вопросы

№ п/п	Формулировки вопросов
Семестр 2	
1	Дайте определение, принцип разделения и область применения хроматографии.
2	Назовите основные виды механизмов по признаку природы явлений, лежащих в основе хроматографического разделения.
3	Что означает фронтальный, проявительный и вытеснительный способы разделения?
4	Блок-схема газового хроматографа
5	Требования к газу-носителю
6	Назначение и устройство испарителя
7	Цель получения производных соединений в газовой хроматографии (пример(ы)). Типа колонок в газовой хроматографии, их различие, преимущества и недостатки.
8	Типы универсальных жидких фаз. Общие походы выбора жидкой фазы.
9	Основные типы и устройство детекторов в газовой хроматографии. Их основные преимущества и недостатки.
10	Определение тонкослойной хроматографии
11	Техника анализа в сравнении с колоночной хроматографией. Визуализация пятен. Определение R _f .
12	Блок-схема ВЭЖХ. Подготовка элюента. Зачем нужен градиент при элюировании компонентов. Традиционный ввод пробы в ВЭЖХ. Чем обеспечивается движение потока элюента.
13	Основные типы наполнителя колонок ВЭЖХ. Выбор колонки. Основные типы детекторов. Выбор детектора.
14	Основные принципы твердофазной микроэкстракции (SPME) и их преимущества как микроаналитического инструмента? Примеры?
15	Наиболее важная особенность метода аналитического пиролиза ГХ-МС?
16	Преимущества ацетилирования или метилирования перед пиролизом.
17	Преимущества метода термоактивированного гидролиза (хемолиза) и метилирования по сравнению с традиционным пиролизом?
18	Почему знание молекулярно-массовое распределение полимера (целлюлозы) важно?
19	Зачем нужна и как осуществляется калибровка эксклюзионной (гель-проникающей) хроматографической колонки?
20	В чем основное достоинство использования детектора Много-Углового Рассеянного Света (МУРС)?
21	Зачем нужен анализ лигнина в растительных материалах? Как определить лигнин Класона (Комарова).
22	Химический микроанализ лигнина в образцах древесины?
23	Преимущества и ограничения метода с использованием ацетилбромиды?
24	Зачем нужен анализ полисахаридов в растительных материалах?
25	Какой метод деполимеризации вы бы использовали для: кислотного метанолиза; кислотного гидролиза; ферментативного гидролиза для: гемицеллюлоз в древесине, полисахаридов в древесине, ресорбированных ксиланов, гексенуроновых кислот в крафт-целлюлозе, гликозидов, полисахаридов в крафт-целлюлозе, полисахаридов в технологических водах, чистоты маннана.

6.3.2 Типовые тестовые задания

не предусмотрены

6.3.3 Типовые практико-ориентированные задания (задачи, кейсы)

Для деполимеризации каких биополимеров вы бы использовали метод кислотного метанолиза?

Какой метод деполимеризации вы бы использовали для определения чистоты глюкоманнана.

Построение калибровочного графика хроматографической колонки с использованием табличных данных.

6.4 Методические материалы, определяющие процедуры оценивания результатов обучения

6.4.1 Условия допуска обучающегося к промежуточной аттестации и порядок ликвидации академической задолженности

Проведение промежуточной аттестации регламентировано локальным нормативным актом СПбГУПТД «Положение о проведении текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации обучающихся»

Время на подготовку ответа по билету 30 минут. При подготовке к зачету можно пользоваться нормативными документами, включая конспекты лекций.

6.4.2 Форма проведения промежуточной аттестации по дисциплине

Устная ☐ + Письменная ☐ Компьютерное тестирование ☐ Иная ☐

6.4.3 Особенности проведения промежуточной аттестации по дисциплине

Время на подготовку ответа по устным вопросам и практическому заданию 30 минут.

7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

7.1 Учебная литература

Автор	Заглавие	Издательство	Год издания	Ссылка
7.1.1 Основная учебная литература				
Вероника, Р., Петухов, И. А., Петухова, О. А., Гомбоева, С. Б., Богомолова, А. А., Бару, М. Б., Бару, М. Б.	Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография	Москва: Техносфера	2017	http://www.iprbookshop.ru/84700.html
7.1.2 Дополнительная учебная литература				
Старикова Т. А., Лысова С. С., Зевацкий Ю. Э., Холохонова Л. И.	Физико-химические методы исследования. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. Ионообменная хроматография	Санкт-Петербург: СПбГУПТД	2016	http://publish.sutd.ru/tp_ext_inf_publish.php?id=3162
Бёккер, Ю.	Хроматография. Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза	Москва: Техносфера	2009	http://www.iprbookshop.ru/12749.html

7.2 Перечень профессиональных баз данных и информационно-справочных систем

Электронно-библиотечная система IPRbooks [Электронный ресурс]. URL: <http://www.iprbookshop.ru/>

Электронная библиотека ВШТЭ СПб ГУПТД [Электронный ресурс]. URL: <http://nizrp.narod.ru>

Электронно-библиотечная система «Айбукс» [Электронный ресурс]. URL: <https://www.ibooks.ru/>

7.3 Перечень лицензионного и свободно распространяемого программного обеспечения

MicrosoftOfficeProfessional 2013

7.4 Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине

Аудитория	Оснащение
Лекционная аудитория	Мультимедийное оборудование, специализированная мебель, доска

A-401	Электрические плитки, микроскопы, комплект лабораторной посуды
-------	--