

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «ЕСА Сервис»
Шуваев И.В.



20 апреля 2020 г.

Дополнительная образовательная программа
повышения квалификации
«Основные подходы и новые практические решения
при выполнении анализа методом
жидкостной хроматографии»

Санкт-Петербург

2020 г.

1. Введение

1.1. Дополнительная профессиональная программа повышения квалификации «Основные подходы и новые практические решения при выполнении анализа методом жидкостной хроматографии» разработана с целью осуществления образовательной деятельности, направленной на совершенствование компетенций, необходимых для профессиональной деятельности, и повышения профессионального уровня в рамках имеющейся квалификации.

1.2. Программа разработана с учетом требований Федерального закона Российской Федерации от 29.12.2012 № 273-ФЗ «Об образовании в Российской Федерации», Приказа Министерства образования и науки Российской Федерации от 01.07.2013 № 499 «Об утверждении порядка организации и осуществления образовательной деятельности по дополнительным профессиональным программам», требований Единого квалификационного справочника должностей руководителей, специалистов и служащих (утвержденного постановлением Минтруда Российской Федерации от 21 августа 1998 г. № 37, с изм. на 27.03.2018), предъявляемых к должностям инженера-лаборанта, лаборанта и аналитика (введено Приказом Минздравсоцразвития России от 29.04.2008 N 200); требований Федерального закона "Об аккредитации в национальной системе аккредитации" от 28.12.2013 N 412-ФЗ.

1.3. Введена в действие приказом 20-008-G от 20.04.2020.

1.4. Введена впервые.

2. Описание программы

2.1. Цель реализации образовательной программы

Целью реализации программы повышения квалификации является повышение профессиональной подготовки обучающегося в рамках имеющейся квалификации с целью осуществления деятельности по выполнению измерений методом жидкостной хроматографии.

2.2. Планируемые результаты обучения:

- освоение, обновление, систематизация и углубление знаний по теоретическим основам и практике реализации анализа методом жидкостной хроматографии;
- получение знаний о современных подходах к подготовке проб с целью оптимизации продолжительности анализа, а также улучшению метрологических показателей измерений;
- умение выбирать необходимый вариант и показатели режима жидкостной хроматографии в зависимости от природы целевых аналитов и объектов исследования;
- владение навыками диагностики состояния и первичного сервисного обслуживания измерительных приборов;
- получение знаний по правильной организации статистической обработки и контроля правильности результатов измерений.

В результате пройденного обучения обучающийся должен приобрести или усовершенствовать следующий **перечень профессиональных компетенций**:

- планировать и выполнять измерения методом жидкостной хроматографии, включая умение достигать необходимого разделения аналитов в соответствии с используемым методическим документом, используя полученные теоретические знания и практические навыки (К-1);
- разрабатывать / модифицировать имеющуюся процедуру подготовки проб с использованием современных подходов и техник (К-2);
- уметь правильно эксплуатировать оборудование для жидкостной хроматографии, а также обладать навыками первичного сервисного обслуживания (К-3);
- знать актуальный ассортимент расходных материалов ведущих мировых производителей для оптимизации и наиболее эффективного решения стоящих хроматографических задач (К-4);
- уметь проводить метрологическую оценку и контроль правильности получаемых результатов измерений (К-5).

Знания, умения и навыки, осваиваемые обучающимися, в ходе прохождения данной образовательной программы повышения квалификации.

обучающийся должен знать:

- принципиальную схему, основные узлы и характеристики жидкостных хроматографов;
- подходы к подготовке проб в зависимости от объекта исследования и вида выполняемого анализа;
- критерии выбора хроматографических колонок и системы фаз в жидкостной хроматографии;
- принципы правильной эксплуатации жидкостных хроматографов;
- методы обработки хроматографических данных;
- основы метрологии хроматографического анализа.

обучающийся должен уметь:

- выбирать методику хроматографического анализа;
- планировать хроматографический анализ;
- трактовать полученные в ходе анализа экспериментальные данные;
- проводить текущее обслуживание используемого хроматографического оборудования;
- выполнять диагностику состояния хроматографического оборудования.

2.3. Категория слушателей

Обучение по данной программе предназначено для специалистов с высшим и средним специальным образованием в области аналитической химии, экологии и смежных областях. Слушатели должны владеть техникой выполнения аналитического и физико-химического эксперимента, иметь навыки работы на персональном компьютере.

2.4. Форма, режим, трудоёмкость обучения

Нормативная трудоемкость обучения по данной программе — 32 часа.

Форма обучения — очная. Обучение проводится индивидуально или в группах до 5 человек.

Режим обучения — будние дни (5 дней)

Продолжительность обучения измеряется в академических часах (ак. час).

Через каждые 2 ак. часа для слушателей организуется перерыв продолжительностью 10 мин.

При продолжительности обучения в день — более 5 ак. часов, для слушателей организуется перерыв продолжительностью 60 мин.

Начало занятий и расписание устанавливается по мере поступления заявок и (или) комплектования групп в течение всего календарного года.

Учебный график

Период	Продолжительность обучения, ак. час
1 день	8
2 день	7
3 день	7
4 день	6
5 день	4

Объёмы учебной работы

3. Содержание программы

3.1. Объем учебной работы

Очная форма обучения			
Общая продолжительность занятий, ак. час	Лекции, ак. час	Практические занятия (лабораторные работы), ак. час	Итоговая аттестация, ак. час
32	22	8	2

3.2. Учебный план

№			В том числе
---	--	--	-------------

п/п	Наименование раздела дисциплины	Всего, ак. час	Лекции, ак. час	Практические (лабораторные) занятия, ак. час	Формы контроля, ак. час
1	Введение. Теоретические основы хроматографических процессов.	2	2		
2	Практические аспекты жидкостной хроматографии. Оборудование.	8	6	2	
3	Практические аспекты жидкостной хроматографии. Способы подготовки пробы.	3	2	1	
4	Колонки и расходные материалы для жидкостной хроматографии.	3	2	1	
5	Качественный и количественный анализ в методе жидкостной хроматографии.	4	2	2	
6	Количественный анализ. Метрологическая обработка результатов.	2	2		
7	Нормативные требования к лаборатории. Вопросы аккредитации.	2	2		
8	Техническое обслуживание хроматографов. Выявление и устранение неисправностей.	6	4	2	
9	Итоговая аттестация (зачёт)	2			2
	Итого	32			

3.3. Учебно-тематический план

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплина
1	Введение. Теоретические основы хроматографических процессов.	Процесс разделения веществ в хроматографической колонке. Классификация хроматографических процессов. Термины и понятия в жидкостной хроматографии. Обработка хроматограмм.
2	Практические аспекты жидкостной	Насосы для подачи элюента, устройства

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплины
	хроматографии. Оборудование.	для ввода пробы, термостат колонок, детекторы. Схемы соединения колонок, подключение колонок.
3	Практические аспекты жидкостной хроматографии. Способы подготовки пробы.	Способа и этапы подготовки проб. Требования к пробе. Расходные материалы и оборудование для подготовки проб.
4	Колонки и расходные материалы для жидкостной хроматографии.	Типы хроматографических колонок для жидкостной хроматографии, подбор колонок, предколонки. Особенности эксплуатации колонок.
5	Качественный и количественный анализ в методе жидкостной хроматографии.	Регистрация и обработка хроматограмм. Способы идентификации и количественного расчёта. Возможности программного обеспечения (на примере программы ChemStation).
6	Количественный анализ в методе газовой хроматографии. Метрологическая обработка результатов.	Нормативные документы. Прямые многократные измерения. Термины и определения. Алгоритм обработки результатов измерений. Оценка неопределенности результатов прямых многократных измерений. Обеспечение единства измерений. Межповерочные и межкалибровочные интервалы. Национальные стандарты.
7	Нормативные требования к лаборатории. Вопросы аккредитации.	Нормативные документы. Прикладные аспекты процедуры аккредитации — разбор показательных примеров.
8	Техническое обслуживание хроматографов. Выявление и устранение неисправностей.	Общая оценка состояния. Текущее и повседневное обслуживание. Замена основных расходных материалов/ Рекомендации по эксплуатации, признаки типичных неисправностей. Устранение основных видов неисправностей: <ul style="list-style-type: none"> – неисправности, связанные с неправильной подготовкой подвижной фазы; – неисправности, связанные с неправильной работой насоса;

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплина
		<ul style="list-style-type: none"> – неисправности, связанные с неправильной эксплуатацией колонки; – неисправности, связанные с неправильным вводом пробы; – неисправности, связанные с неправильной эксплуатацией детекторов
9	Итоговая аттестация (зачёт).	

4. Форма аттестации и оценочные материалы

По окончании освоения образовательной программы для слушателей, прошедших обучение по программе в полном объеме, выполнившим все требования учебного плана, проводится итоговая аттестация для определения степени достижения учебных целей.

Итоговая аттестация проводится в форме письменного тестирования, а также практического задания, в ходе которых проверяется уровень знаний учащихся.

Условием допуска к итоговой аттестации является выполнение всех лабораторных работ и посещение 75 % всех лекционных занятий.

Для проведения итоговой аттестации формируют перечень вопросов, охватывающий всё содержание дополнительной образовательной программы. Вопросы для зачета охватывают лекционную и практическую части образовательной программы.

По результатам прохождения теста экзаменуемый получает оценку «зачтено», если дал 100 – 60 % правильных ответов; если экзаменуемый правильно ответил на 59 % вопросов или менее, то ставится оценка «не зачтено».

Слушателям, успешно прошедшим итоговую аттестацию, выдается удостоверение о повышении квалификации.

Перечень тем для итоговой аттестации

- Понятие хроматографического процесса и движущие силы хроматографического разделения.
- Жидкостно-жидкостная хроматография и области её применения.
- Хроматограмма как источник информации о качественном и количественном составе анализируемой пробы
- Типовые задачи идентификации в хроматографическом анализе и пути их решения.
- Методы количественного хроматографического анализа.
- Основные узлы жидкостных хроматографов.
- Основные детекторы для жидкостной хроматографии и области их использования.

- Закономерности удерживания веществ в нормально-фазовой и обращённо-фазовой жидкостной хроматографии, область использования данных видов жидкостной хроматографии.
- Ионная хроматография и варианты её исполнения.
- Сущность и область применения эксклюзионной хроматографии.
- Основные способы подготовки проб в хроматографическом анализе. Параметры, которые необходимо контролировать в ходе разработки процедуры подготовки проб.
- Основные правила правильной эксплуатации газохроматографического оборудования и методы диагностики неисправностей.
- Правила подбора, эксплуатации и диагностики состояния расходных материалов для жидкостной хроматографии. Новинки рынка в области расходных материалов.
- Подходы к корректировке и оптимизации метода при переносе с прибора на прибор или при переходе на другую колонку.
- Основные источники случайных и систематических погрешностей в хроматографическом анализе и пути их минимализации.

Пример тестовых заданий для прохождения итоговой аттестации приведен в Приложении 1.

5. Организационно-педагогические условия реализации программы

5.1. Материально-технические условия реализации программы

Занятия проводятся на базе помещения Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис»: аудиторные лекции — в конференц-зале (2 этаж), оборудованном компьютерной и проекционной техникой, практические занятия – в помещении лаборатории (1 этаж), оснащённом лабораторным оборудованием, средствами измерения и расходными материалами.

Помещение для лекций и семинаров должно отвечать следующим требованиям:

- достаточное количество посадочных мест (не менее 6);
- неспециализированный компьютер с программным обеспечением общего пользования для показа иллюстративного материала в формате «Power Point»;
- мультимедийный проектор и экран;
- место для размещения верхней одежды (гардероб, шкаф);
- корзины для мусора.

В лабораторном помещении для проведения практических занятий должно быть в наличии всё необходимое лабораторное оборудование и материалы: центрифуга, водяная баня, дозирующие устройства, химическая и мерная посуда, необходимые реактивы.

Выполнение лабораторных работ по данной программе требует использования современного хроматографического оборудования — жидкостного хроматографа 1260 Infinity II Prime (Agilent), оснащённого диодно-матричным детектором; а также вспомогательного оборудования: установки для проведения твердофазной экстракции (вакуумный коллектор), центрифуги.

5.2. Учебно-методическое обеспечение

По окончании программы обучения, слушателям предоставляется материал презентаций лекционных курсов в электронном виде.

5.3. Кадровое обеспечение

Образовательный процесс обеспечивается сотрудниками Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», а также приглашенными специалистами. Для проведения лекций и практических занятий допускаются преподаватели, имеющие высшее химическое образование, знакомые с методикой преподавания химической дисциплины, знающие содержание учебной дисциплины и владеющие навыками, обязательными к освоению слушателями.

5.4. Информационное обеспечение

Список основной литературы

1. Практическое руководство по жидкостной хроматографии. / К.С. Сычёв, Спб: Кокоро, 2013 — 272 с.
2. Растворители для ВЭЖХ. / П. Садек. Изд. «Бином. Лаборатория знаний.», 2006 — 704 с.
3. Контроль безопасности и качества продуктов питания и товаров детского ассортимента. / Ю.С. Другов, А.А. Родин. М: «Лаборатория знаний.», 2020 — 443 с.
4. Анализ загрязненной воды. / Ю.С. Другов, А.А. Родин. М: «Лаборатория знаний», 2020 — 681 с.
5. Метрология и обеспечение качества химического анализа. / В. И. Дворкин. М: Техносфера, 2019 — 318 с.

Список дополнительной литературы

1. Практическая газовая и жидкостная хроматография. / Б.В. Столяров, И.М. Савинов, А.Г. Витенберг и др. СПб: изд. СПбГУ, 2002 — 616 с.
2. ДЖ. Мак-Махон «Аналитические приборы»./ Пер. с англ. под ред. проф. Москвина Л.Н, СПб, изд. «Профессия», 2011 — 351 с.

6. Разработчики программы

1. Афонин Дмитрий Александрович, к.т.н., заместитель начальника Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», d.afonin@ecaservice.ru, (812) 702-32-88, доб. 611.
2. Виноградова Ольга Владимировна, к.х.н., начальник Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», o.vinogradova@ecaservice.ru, (812) 702-32-88 доб. 610.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1.

Пример тестовых заданий для прохождения итоговой аттестации.

1. Выберите правильное утверждение

А. Для обеспечения возможности детектирования разделяемые вещества в хроматографической колонке при взаимодействии с подвижной фазой превращаются в соответствующие производные.

Б. В хроматографической колонке происходит разделение смесей веществ, основанное на количественных различиях в поведении разделяемых компонентов при их непрерывном перераспределении между двумя контактирующими фазами, одна из которых неподвижна, а другая движется в определенном направлении.

В. В зависимости от условий проведения анализа количество разделяемых веществ в хроматографической колонке может увеличиваться или уменьшаться.

Г. Разделение веществ в хроматографической колонке основано на необратимом смешивании анализируемой пробы с подвижной фазой.

Д. Нет правильных утверждений.

Е. Все утверждения правильные.

2. Какой вид анализа нельзя отнести к хроматографическим методам.

А. Высокоэффективная жидкостная хроматография.

Б. Капиллярный электрофорез.

В. Тонкослойная хроматография.

Г. Газовая хроматография.

3. Какие параметры можно определить с использованием хроматограммы

А. Параметры пика (высоту, площадь).

Б. Время удерживания пика.

В. Физические свойства вещества (плотность, температуру кипения).

Г. Количество вещества в анализируемой пробе.

Д. Эффективность колонки (число теоретических тарелок).

4. На хроматограмме имеются два пика со следующими характеристиками:

Характеристика	1-й пик	2-й пик
Время удерживания, с	70	80
Ширина пика, с	9,0	9,5

Оцените, достаточно ли хорошо разделены пики для целей точного количественного анализа. Варианты ответов:

- А. Да
- Б. Нет

5. Выберите правильное утверждение

- А. Градиентное элюирование позволяет сократить время анализа.
- Б. Градиентное элюирование позволяет улучшить разделение пиков.
- В. Градиентное элюирование позволяет увеличить чувствительность анализа.

6. Какой параметр можно использовать при количественной обработке хроматограммы?

- А. Время удерживание пика.
- Б. Высота пика.
- В. Число теоретических тарелок.
- Г. Площадь пика.
- Д. Ширина пика.

7. Какова цель градуировки хроматографической системы?

- А. Определение эффективности разделение компонентов анализируемой смеси.
- Б. Определение зависимости площадей пиков анализируемых компонентов от их концентраций в анализируемой пробе.
- В. Очистка колонки от присутствия посторонних компонентов.
- Г. Определение физических свойств разделяемых веществ.

8. Укажите тип детектора, который наиболее подходит для анализа следующих веществ.

- А. Фенолы _____
- Б. Полиароматические углеводороды _____
- В. Углеводы _____
- Г. Неорганические анионы _____

9. Составьте минимальную комплектацию хроматографической системы, работающей в изократическом режиме для анализа фенолов, из перечня блоков, представленных ниже.

А. Насос изократический	Е. Детектор флюориметрический	Л. Кран-дозатор ручной
Б. Насос градиентный	Ж. Рефрактометрический детектор	М. Кран для переключения колонок
В. Термостат колонок	З. Диодноматричный детектор	Н. Коллектор фракций
Г. Дегазатор	И. Ультрафиолетовый детектор	О. Автоматический дозатор проб
Д. Хроматографическая колонка	К. Система регистрации сигнала	П. Поддон для бутылей с растворителями

Комплектация _____

(Указать индексы элементов из представленной таблицы)

10. Чем лимитируется объем вводимой в колонку пробы при использовании ручного крана-дозатора?

- А. Объемом шприца.
- Б. Размером хроматографической колонки.
- В. Типом элюента.
- Г. Объемом петли крана-дозатора.
- В. Количеством подготовленной для анализа пробы.

11. Какими критериями следует руководствоваться при выборе хроматографической колонки?

- А. Стоимостью.
- Б. Требованиями нормативной документации.
- В. Типом реализуемой задачи.
- Г. Конструктивными особенностями хроматографа.
- Д. Типом используемого детектора.

12. От чего зависит величина давления в хроматографической колонке?

- А. Геометрические размеры колонки.
- Б. Размер частиц сорбента.
- В. Тип используемого детектора.
- Г. Объем вводимой пробы.
- Д. Состав элюента.
- Е. Температура термостата колонок.
- Ж. Величина потока элюента.

13. Основное назначение предколонки.
- А. Повышение селективности и эффективности разделения.
 - Б. Увеличение чувствительности хроматографического анализа.
 - Г. Защита хроматографической колонки от загрязнения.
14. Каким способом можно улучшить разделение компонентов пробы.
- А. Изменить объем вводимой пробы.
 - Б. Использовать хроматографическую колонку большей длины.
 - В. Изменить режим детектирования.
 - Г. Использовать хроматографическую колонку, заполненную сорбентом с меньшим размером частиц.
 - Д. Использовать градиентное элюирование.
15. При эксплуатации жидкостного хроматографа замечено снижение чувствительности. Возможные причины.
- А. Ошибки при проведении пробоподготовки.
 - Б. Изменение состава элюента.
 - В. Загрязнение детектора.
 - Г. Загрязнение сорбента в колонке.
16. При работе хроматографа замечены скачки давления на входе в колонку. Возможные причины.
- А. Неисправность насоса.
 - Б. Неисправность дегазатора.
 - В. Неправильно задан режим работы хроматографа.
 - Г. Неисправность термостата колонок.
 - Д. Закончился элюент в расходной емкости.
17. При эксплуатации хроматографа происходит постепенное увеличение давления элюента на входе в колонку.
- А. Растворитель не был профильтрован перед заливкой в расходную емкость.
 - Б. Исчерпан ресурс предколонки.
 - В. Неисправность термостата колонок.
 - Г. Засорение детектора.
 - Д. Неисправность насоса.
18. На хроматограмме обнаружены посторонние пики. Возможные причины.
- А. Неисправность насоса.
 - Б. Неисправность детектора.
 - В. Плохо отработан режим хроматографического анализа.

Г. Загрязнение растворителя, используемого в качестве элюента.

Д. Ошибки при подготовке пробы.

19. Практическое задание 1.

С использованием программного обеспечения жидкостного хроматографа слушателю предлагается создать режим хроматографического анализа.

Основные заданные параметры режима:

- режим хроматографического разделения (градиентный или изократический);
- состав элюента;
- расход элюента;
- температура термостата колонок;
- объем вводимой пробы (при наличии автоматического дозатора пробы);
- длина волны детектора.

20. Практическое задание 2.

С использованием программного обеспечения жидкостного хроматографа на основании ранее снятых градуировочных хроматограмм слушателю предлагается создать метод количественной обработки. С использованием полученного метода провести обработку хроматограммы тестового раствора с выдачей отчета о результатах анализа.