**DAUGAVPILS UNIVERSITĀTES**

**STUDIJU KURSA APRAKSTS**

|  |  |
| --- | --- |
| Studiju kursa nosaukums | ***Modernās analīzes metodes*** |
| Studiju kursa kods (DUIS) | Ķīmi5004 |
| Zinātnes nozare | Ķīmija; Analītiskā ķīmija |
| Kursa līmenis |  |
| Kredītpunkti | 4 |
| ECTS kredītpunkti | 6 |
| Kopējais kontaktstundu skaits | 64 |
| Lekciju stundu skaits | 32 |
| Semināru stundu skaits | 14 |
| Praktisko darbu stundu skaits | 6 |
| Laboratorijas darbu stundu skaits | 12 |
| Studējošā patstāvīgā darba stundu skaits | 96 |
|  | |
| Kursa autors(-i) | |
| Dr. chem., viesprof., Arturs Vīksna;  Dr. chem., asoc. prof. Sergejs Osipovs | |
| Kursa docētājs(-i) | |
| Dr. chem., viesprof., Arturs Vīksna;  Dr. chem., asoc. prof. Sergejs Osipovs | |
| Priekšzināšanas | |
| Bakalaura līmeņa analītiskās ķīmijas zināšanas | |
| Studiju kursa anotācija | |
| KURSA MĒRĶIS:  Kursa mērķis ir sagatavot studentus kombinēto hromatogrāfisko, elementanalīzes un masspektrometrisko metožu darbības principu izmantošanai organiskas un neorganiskas izcelsmes paraugu analīzē, sniedzot teorētiskas zināšanas, kā arī instrumentālā darba iemaņas atbilstoša aprīkojuma laboratorijās.  KURSA UZDEVUMI:  1. paplašināt studentiem izpratni par kombinētām analīzes metodēm un to lietošanas iespējām;  2. attīstīt studentu teorētiskās un praktiskās iemaņas metožu izvēlei problēmu risināšanā;  3. pilnveidot studentu prasmes informācijas avotu datu apkopošanā, lai raksturotu kvantitatīvās analīzes metodes. | |
| Studiju kursa kalendārais plāns | |
| L32, S14, P6, L12, Pd96  Lekciju tēmas (L32):  1. Metodoloģija analītiskajā ķīmijā. L2; Pd4  2. Kodolu Magnētiskās rezonanses parādība. L1; Pd4  3. Spinu mijiedarbība un konformācija. L1; Pd4  4. Induktīvi saistītās plazmas optiskās emisijas spektrometrija (ICP-OES). Induktīvi saistītās plazmas masspektrometrija (ICP-MS); L6; Pd8  5. Dubultrezonanse un tās lietošana un ķīmiskās apmaiņa procesi. L1; Pd4  6. Smaku analīze. L2; Pd4  7. Mūsdienu infrasarkanā spektroskopija; L2; Pd4  8. Augstas izšķiršanas hromatogrāfija – raksturojums un izmantošana; L2; Pd4  9. Masspektrometru veidi un darbība; L2; Pd4  10. Jonu hromatogrāfija; L2; Pd4  11. Masspektra prezentācija un raksturojums. L2; Pd4  12. Ķīmiskā jonizācija un tās instrumentālais nodrošinājums; L1; Pd4  13. Nolidošanas laika masspektrometrija (TOF) un matricas veicinātā lāzeru desorbcija/jonizācija (MALDI). L2; Pd4  14. Ultra efektīvā šķidrumu hromatogrāfija masspektrometrija (UPLC), jonizācija ar elektroizsmidzināšanu (ES) un tandēma masspektrometrija (MS/MS). L2; Pd4  15. Rentgenflurescences spektrometrija. L2; Pd4  16. Moderno analīzes metožu lietošanas iespējas dārgmetālu un dārgakmeņu indenficēšanā un kvatificēšanā. L2  Semināru/praktisko darbu/laboratorijas darbu tēmas:  1. GC MS iekārtas testēšana un optimālo parametru ieregulēšana. P6; Pd6.  2. KMR spektru šifrēšanas pamatprincipi un doto spektru analīze. S4; Pd 6.  3. Matrices paraugu analīze un interpretācija ar ICP MS iekārtu. S6; Pd 6  4. Brīvo indukcijas signālu uzņemšana ar KMR spektrometru un spektru apstrāde ar datorprogramspektru. S4; Pd6 .  5. Masspektru iegūšana EI un CI apstākļos. Masspektru interpretācija. Ld 6; Pd 4.  6. Gliburīda noteikšana asins plazmā un pesticīdu analīze augu izcelsmes pārtikas produkcijā ar šķidruma hromatogrāfiju – tandēma masspektrometriju. Ld6; Pd4.  L - lekcija  S - seminārs  P – praktiskie darbi  Ld – laboratorijas darbi  Pd – patstāvīgais darbs | |
| Studiju rezultāti | |
| ZINĀŠANAS:  1. raksturo jaunāko kombinēto analīzes metožu teorētiskos un praktiskos aspektus  PRASMES:  2. novērtē metožu priekšrocības un trūkumus, īpašu uzmanību veltot mikrodaudzumu kvantificēšanas un specificēšanas problēmām;  3. izvēlas piemērotu analīzes metodi dažādu paraugu analīzei;  4. risina kompleksas analītiskas problēmas;  5. kritiski izvērtē iegūtos rezultātus;  KOMPETENCE:  6. argumentēti novērtē pareizo metodisko pieeju, lietojot modernās analīzes metodes, analītiskās problēmas risināšanai zinātniskajās un testēšanas laboratorijās. | |
| Studējošo patstāvīgo darbu organizācijas un uzdevumu raksturojums | |
| Studējošo patstāvīgais darbs tiek organizēts individuāli.  Patstāvīgie uzdevumi:  • studēt norādīto literatūru un gatavoties semināru nodarbībām, starppārbaudījumiem un eksāmenam;  • apkopot savāktos literatūras datus un sagatavot prezentāciju. | |
| Prasības kredītpunktu iegūšanai | |
| Semināru apmeklējums ir obligāts.  Studentu studiju kursā sasniegto rezultātu gala vērtējumu veido sekmīgi nokārtoti starppārbaudījumi (50%) un noslēguma eksāmens (50%).  Starppārbaudījumi:  1. Kontroldarbs par metodoloģiju analītiskajā ķīmijā - 10%.  2. Kontroldarbs par plazmas analītiskajām metodēm - 10%.  3. Kontroldarbs par hromatogrāfiskajām masspektrometriskajām metodēm - 10%  4. Mājas darba prezentācija par kombinētām analīzes metodēm - 20%.  Noslēguma pārbaudījums:  5. Rakstveida eksāmens - 50%.  Noslēguma pārbaudījumu studenti drīkst kārtot tikai tad, ja nokārtoti visi starppārbaudījumi.  STUDIJU REZULTĀTU VĒRTĒŠANAS KRITĒRIJI  Studiju kursa apguve tā noslēgumā tiek vērtēta 10 ballu skalā saskaņā ar Latvijas Republikas  normatīvajiem aktiem un atbilstoši "Nolikumam par studijām Daugavpils Universitātē" (apstiprināts DU Senāta sēdē 17.12.2018.,  protokols Nr. 15), vadoties pēc šādiem kritērijiem: iegūto zināšanu apjoms un kvalitāte, iegūtās prasmes un kompetence atbilstoši plānotajiem studiju rezultātiem.  STUDIJU REZULTĀTU VĒRTĒŠANA   |  |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | Pārbaudījumu veidi | Studiju rezultāti | | | | | | | 1. | 2. | 3. | 4. | 5. | 6. | | 1. starppārbaudījums/ kontroldarbs |  | X | X | X |  |  | | 2. starppārbaudījums/ kontroldarbs | X |  | X |  | X | X | | 3. starppārbaudījums/ kontroldarbs | X | X |  |  | X | X | | 4. mājas darbs | X | X | X | X | X | X | | 5. eksāmens | X | X | X | X | X | X | | |
| Kursa saturs | |
| L32, S14, P6, Ld12, Pd96  Lekcijas (L-32st):   1. Metodoloģija analītiskajā ķīmijā. L2; Pd4   Analīzes metodes izvēle. Analīta atrašanās vieta. Parauga fizikālais stāvoklis. Parauga daudzums. Parauga tīrība. Parauga liktenis. Elementa informācija. Molekulārā informācija. Analīzes veids. Analīta koncentrācija. Metodes noteikšanas robeža, dinamiskais lineārais diapazons, traucējošie faktori, precizitāte, ekonomiskums, draudzīgs videi, metodes ātrums. Savstarpējs dažādu metožu salīdzinājums, to trūkumi un priekšrocības. Optisko metožu lietošanas iespējas. Elektroķīmisko metožu mūsdienu attīstības tendences. Dažādu metožu kombinēšanas iespējas dažādu paraugu analīzē. **Pārbaude darbs – 1. Kolokvijs par metodoloģiju**.  2. Kodolu Magnētiskās rezonanses parādība. L1; Pd4  3. Spinu mijiedarbība un konformācija. L1; Pd4  4. Induktīvi saistītās plazmas optiskās emisijas spektrometrija (ICP-OES). Induktīvi saistītās plazmas masspektrometrija (ICP-MS); L6; Pd8  Atomemisijas pamatprincips. Enerģētiskie līmeņi un spektra veidošanās pamatprincips. Iekārtas uzbūve. Degļu dažādība. Radiālā, aksiālā konfigurācija. Detektoru veidi un darbības princips. CCD detektoru darbības princips un lietošanas iespējas. Kas ir induktīvi saistītā plazma? Tās veidošanas pamatprincipi. Parauga ievadīšanas sistēma, izsmidzināšana un sasmalcināšana. Elementu jonizācija. Analīta pārveidošanās process plazmā. Interfeiss pārejai no plazmas uz masspektrometru. Jonu ekstrakcija un fokusēšana. Kolīzijas šūnas un kvadrapolu darbība pamatprincips. Detektoru uzbūve un darbības pamatprincips. **Pārbaudes darbs – 2. kolokvijs par**  **Plazmas metodēm.**  5. Dubultrezonanse un tās lietošana un ķīmiskās apmaiņa procesi. L1; Pd4  6. Smaku analīze. L2; Pd4  Oža, smarža, smaka. Smaku uztveršanas pamatprincips. Smaku mērīšanas pamatprincips. Metodes attīstības vēsture un mūsdienu attīstības tendences. Andreja Dravnieka smaku sistēmas izveide. Smaku mērvienības. Modernās smaku laboratorijas. Elektronisko degunu izveides pamatprincipi. Smaku rezultātu interpretācija. Reglamentējošie dokumenti smaku mērīšanā.  7. Mūsdienu infrasarkanā spektroskopija; L2; Pd4  Infrasarkano spektru veidošanās. Iekārtas uzbūve un dažādās konfigurācijas. Paraugu veidi. Mikroskopijas izmantošanas iespējas. Transmisijas, ATR, difūzā atstarošanās (DRIFT). Fotoakustiskā detektēšana. Infrasarkanā mikroskopija un tās izmantošanas iespējas.  8. Augstas izšķiršanas hromatogrāfija – raksturojums un izmantošana; L2; Pd4  AIMS (Orbitrap, nolidošanas laika) pielietojumi pārtikas pētījumos – pesticīdu, veterināro savienojumu atlikumu, mikotoksīnu noteikšana. AIMS izmantošana vides analīzē. Noturīgā organiskā piesārņojuma (dioksīni, pesticīdi, bromētie liesmas slāpētāji) noteikšana vides objektos. AIMS pielietojumi biomedicīnas pētījumos. Kvalitātes sistēmas prasības darbā ar AIMS iekārtām.  Augstas izšķirtspējas masspektrometrija (AIMS) – Orbitrap, nolidošanas laika, magnētiskā sektora un jonu ciklotrona analizatori. AIMS priekšrocības un trūkumi. Savienojumu jonizācijas veidi AIMS. Dažādu AIMS iekārtu raksturparametru (jutība, izšķirtspēja, linearitātes diapazons) salīdzinājums. AIMS savienošana ar hromatogrāfijas iekārtām.  9. Masspektrometru veidi un darbība; L2; Pd4  10. Jonu hromatogrāfija; L2; Pd4  Jonu hromatogrāfijas darbības teorētiskie pamati. Elektrovadītspējas detektora darbības princips un uzbūve. Jonu sadalīšanas mehānisms jonu hromatogrāfijā. Jonu hromatogrāfijā izmantotie eluenti un kolonnas. Pasaules vadošo ražotāju jonu hromatogrāfu salīdzinājums. Jonu hromatogrāfijas izmantošana pārtikas produktu un apkārtējās vides objektu analīzē.  11. Masspektra prezentācija un raksturojums. L2; Pd4  12. Ķīmiskā jonizācija un tās instrumentālais nodrošinājums; L1; Pd4  13. Nolidošanas laika masspektrometrija (TOF) un matricas veicinātā lāzeru desorbcija/jonizācija (MALDI). L2; Pd4  MALDI attīstības vēsture. MALDI uzbūve un darbības principi. Matricas izvēle un īpašības MALDI metodē. MALDI etapi un apvienojums ar masspektrometrijas detektoriem. MALDI protokols pētījumos par mikroorganismu identifikāciju. MALDI pielietojums ķīmisko savienojumu noteikšana – NALDI versija. MALDI pielietojumi un attīstības perspektīvas.  14. Ultra efektīvā šķidrumu hromatogrāfija masspektrometrija (UPLC), jonizācija ar elektroizsmidzināšanu (ES) un tandēma masspektrometrija (MS/MS). L2; Pd4  **Pārbaudes darbs – 3. kolokvijs par Hromatogrāfiju - masspektrometriju**  15. Rentgenflurescences spektrometrija. L2; PD4  Rentgenspektru veidošanās. Enerģijas dispersīvā rentgenfluorescence, Viļņu dispersīvā rentgenfluorescence, pilnīgās atstarošanas rentgenfluorescence. Rengenfluorecences iekārtu lietošanas iespējas, savstarpējais salīdzinājums. References pateriālu izmantošana un iekārtu kalibrēšana.  16. Moderno analīzes metožu lietošanas iespējas dārgmetālu un dārgakmeņu indenficēšanā un kvatificēšanā. L2  Dārgakmeņu un dārgmetālu statuss pasaulē. Dārgakmeņu fizikālais raksturojums. Izmantojamās fizikāli ķīmiskās metodes: uztriepe, kupelēšana, ICP-AES, potenciometriskā titrēšana, mikroskopija, infrasarkanā spektroskopija, rentgenmetodes.  Semināru/praktisko darbu/laboratorijas darbu tēmas:  1. GC MS iekārtas testēšana un optimālo parametru ieregulēšana. P6; PD6.  2. KMR spektru šifrēšanas pamatprincipi un doto spektru analīze. S4; Pd 6.  3. Matrices paraugu analīze un interpretācija ar ICP MS iekārtu. S6; Pd 6  4. Brīvo indukcijas signālu uzņemšana ar KMR spektrometru un spektru apstrāde ar datorprogramspektru. S4; Pd6 .  5. Masspektru iegūšana EI un CI apstākļos. Masspektru interpretācija. Ld 6; Pd 4.  6. Gliburīda noteikšana asins plazmā un pesticīdu analīze augu izcelsmes pārtikas produkcijā ar šķidruma hromatogrāfiju – tandēma masspektrometriju. Ld6; Pd4.  L - lekcija  S - seminārs  P – praktiskie darbi  Ld – laboratorijas darbi  Pd – patstāvīgais darbs | |
| Obligāti izmantojamie informācijas avoti | |
| 1. Chromatographic analysis of the environment : mass spectrometry based approaches / edited by Leo M.L. Nollet, Dimitra Lambropoulou. - Fourth edition. - Boca Raton : CRC Press, Taylor & Francis Group, 2017, 631 pages. 2. Modern environmental analysis techniques for pollutants / Chaudhery Mustansar Hussain, Rustem Kecili. - 1st edition. - Amsterdam : Elsevier Inc, 2020, 410 pages. 3. Chromatography of natural, treated and waste waters / T.R. Crompton. - Boca Raton, FL : CRC Press, 2019, 494 lpp. 4. Indoor air quality : the latest sampling and analytical methods / authored by Kathleen Hess-Kosa. - Third edition. - Boca Raton : CRC Press, Taylor & Francis Group, 2020, 395 lpp. 5. A.E. Ashcroft . Ionization methods in organic mass spectrometry. RSC. Cambridge, 1997 LUB KF - 1 eks 6. F.W.McLafferty, F.Tureček. Interpretation of Mass Spectra. 4th edition.University Science Books,Sausalito, California, 1993 ; LUB KF - 2 eks 7. Roger S. Macomber, A Complete Introduction to Modern NMR Spectroscopy, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1998. LUB KF - 2 eks 8. Raimonds Valters un Juris Pauls Kreišmanis, Kodolu Magnētiskās Rezonanses Spektroskopijas Izmantošana Organiskajā Ķīmijā, Rīga, 2000. LUB KF - 2 eks 9. D.A.Skoog, F.J. Holler, T.A.Niemann. Principles of Instrumental analysis, Saunders College Publishers. Philadelphia, 2007; LUB KF - 13eks 10. A.Braithwaite, F.J.Smith. Chromatographic methods. Kluwer Academic Publishers.Dordrecht, 1999 1 eks. LUBKF 11. Cullen M. Atomic Spectroscopy in Elemental Analysis. 2003 by Blackwell, 310 p. 12. Handbook of Analytical Techniques. volumes 1 and 2. Editors: Helmut Günzler, Alex Williams, WILEY-VCH Verlag GmbH, 2008, 1150 p. 13. Taylor H.E. Inductively coupled plasma-mass spectrometry. Practice and Techniques. Academic Press, London, 2001, 294. | |
| Papildus informācijas avoti | |
| 1. Encyclopedia of Analytical Chemistry. John Wiley and Sons, 2001, 15 volumes.  2. Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry Handbook. Ed. By Nelms, 2005, Blackwell Publishing, 481p.  3. Smith R.M. Understanding Mass Spectra – a Basic Approach. Jon Willey &Sons New York. 1999. | |
| Periodika un citi informācijas avoti | |
| 1. Analytical Chemistry; <http://pubs.acs.org/journal/ancham> (ACS Publications) 2. Analytica Chimica Acta; <https://www.sciencedirect.com/journal/analytica-chimica-acta> (ScienceDirect) 3. Analytical and Bioanalytical Chemistry; <https://link.springer.com/journal/216> (Springer) 4. Journal of Analytical Science and Technology; <https://jast-journal.springeropen.com/> (Springer) 5. Journal of Chromatography A; <https://www.sciencedirect.com/journal/journal-of-chromatography-a> (ScienceDirect) 6. Talanta; <https://www.sciencedirect.com/journal/talanta> (ScienceDirect) 7. Trends in Analytical Chemistry; <https://www.sciencedirect.com/journal/trac-trends-in-analytical-chemistry> (ScienceDirect) 8. Trends in Environmental Analytical Chemistry; <https://www.sciencedirect.com/journal/trends-in-environmental-analytical-chemistry> (ScienceDirect) | |
| Piezīmes | |
| Akadēmiskās maģistra studiju programmas “Ķīmija” studiju kurss. A daļa.  Kurss tiek docēts latviešu valodā. | |