

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА

*Утверждено редакционно-издательским советом университета
в качестве методических указаний для студентов по подготовке
и оформлению квалификационных работ (магистерских диссертаций)
по направлению 020100.68 – Химия*

Самара
Издательство «Самарский университет»
2014

УДК 54

ББК 24

Рецензент д-р физ.-мат. наук, проф. В. В. Ивахник

Выпускная квалификационная работа : методические указания для студентов по подготовке и оформлению квалификационных работ (магистерских диссертаций) по направлению 020100.68 – Химия / сост. С. В. Курбатова, Л. А. Онучак, П. П. Пурыгин. – Самара : Изд-во «Самарский университет», 2014. – 20 с.

Методические указания составлены на основании Федерального государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования подготовки магистров по направлению 020200.68 – Химия, утвержденного приказом Министерства образования и науки Российской Федерации № 547 от 20 мая 2010.

Они включают требования к выпускной квалификационной (дипломной) работе и рекомендации по их оформлению, установленные в соответствии с правилами оформления списка источников и литературы по ГОСТу 7.1.-2003 «Библиографическая запись. Библиографическое описание. Общие требования и правила составления».

Предназначены для студентов старших курсов химического факультета СамГУ

УДК 54

ББК 24

© Курбатова С.В., Онучак Л.А., Пурыгин П.П.,
составление, 2014

© Самарский государственный университет,
2014

© Оформление. Издательство «Самарский
университет», 2014

Публикуется в авторской редакции
Титульное редактирование *Т. И. Кузнецовой*
Компьютерная верстка, макет *Н. П. Бариновой*

Подписано в печать 15.05.2014. Формат 60x84/16. Бумага офсетная. Печать оперативная.

Усл.-печ. л. 1,16; уч.-изд. л. 1,25. Гарнитура Times. Тираж 100 экз. Заказ № 2524.

Издательство «Самарский университет», 443011, г. Самара, ул. Акад. Павлова, 1.

Тел. 8 (846) 334-54-23

Отпечатано на УОП СамГУ

ТРЕБОВАНИЯ К ВЫПУСКНОЙ КВАЛИФИКАЦИОННОЙ (ДИПЛОМНОЙ) РАБОТЕ

Выпускная квалификационная работа (ВКР) магистра представляет собой законченную самостоятельную учебно-исследовательскую работу, в которой решается конкретная задача, актуальная для науки и/или практики, и должна соответствовать видам и задачам его профессиональной деятельности, приведенным в соответствующей ООП. ВКР является завершающим этапом в подготовке высококвалифицированного специалиста-химика. Её главная цель состоит в систематизации, закреплении и расширении теоретических и экспериментальных знаний, применении их при решении конкретных исследовательских задач, в развитии навыков самостоятельной работы магистра-химика.

ВКР показывает уровень овладения студентом-выпускником методологией, исследовательскими приемами и навыками, материалом изученных курсов, умением самостоятельно работать с научной литературой и источниками, а также то, как магистр-выпускник сумел исследовать и решить конкретную проблему и изложить свои мысли и выводы.

В выпускной квалификационной работе проводится изучение актуальных проблем современной химической науки, технологии, производства. Магистр должен провести тщательную и обширную работу по выявлению максимального количества фактов по избранной теме, изучению широкого круга источников и специальных исследований. ВКР должно содержать научную новизну, что означает новый подход к решению проблемы, а также обнаружение и систематизацию неизвестных ранее физических явлений.

Выпускная работа магистра химии является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи, имеющей существенное значение для современной химической науки, технологии, производства и определяет уровень профессиональной подготовки выпускника. Работа содержит совокупность новых научных результатов и положений, выдвинутых автором; имеет внутреннее единство и свидетельствует о личном вкладе автора в данный раздел науки, развитие технологии, производства, является систематизацией знаний, полученных студентом за весь период обучения, отражает знание литературы и источников по выбранной проблеме.

Автореферат магистерской диссертации является одним из документов, представляемых в Государственную аттестационную комиссию для получения допуска к публичной защите работы. Автореферат объемом не более 8 страниц в емкой форме должен дать представление о научных результатах, полученных в ходе выполнения выпускной квалификационной работы магистра. Текст автореферата должен содержать введение, краткое изложение основного содержания работы, выводы, а также сведения об апробации работы, ее внедрении, наличии публикаций, патентов по теме исследования (Приложение 1)

Для успешной подготовки ВКР магистр должен:

знать базовую терминологию, относящуюся к изучаемой проблеме;

уметь использовать современные методы химических и физико-химических исследований для решения профессиональных задач; самостоятельно обрабатывать, интерпретировать и представлять результаты научно-исследовательской и производственной деятельности по установленным формам;

- владеть приемами осмысления химической информации для решения научно-исследовательских и производственных задач в сфере профессиональной деятельности;
- владеть навыками поиска, изучения и критики научной литературы, приемами перевода с иностранного языка научного и технического текста, осмысление представленной информации и краткого изложения его содержания.
- использовать навыки и умения в организации научно-исследовательской работы;
- свободно пользоваться в исследовательской практике современным программным обеспечением;
- использовать сформированные при подготовке ВКР тематические сетевые ресурсы, базы данных, информационно-поисковые системы;
- владеть стандартами оформления научного текста.

В ВКР магистр должен:

- четко формулировать проблему и оценивать степень ее актуальности;
- обосновать выбранные методы решения поставленных задач;
- самостоятельно работать с литературой и другими информационно-справочными материалами;

Научное исследование магистра свидетельствует о владении автором профессиональными навыками и компетенциями.

Выпускная работа защищается в Государственной аттестационной комиссии.

Тема ВКР магистра утверждается в установленные сроки на заседании кафедр, где подготавливается ВКР, и Совета химического факультета,. Руководитель и рецензент (оппонент) утверждаются кафедрой. Рецензенты (оппоненты) назначаются из числа научно-педагогических сотрудников или высококвалифицированных специалистов образовательных, производственных и других учреждений и организаций. В качестве рецензента (оппонента) может выступать представитель работодателей из соответствующих профильных отраслей промышленности.

При защите ВКР рекомендуется следующая процедура:

- устное сообщение автора ВКР (5-10 минут);
- вопросы членов ГАК и присутствующих на защите;
- отзыв руководителя ВКР в устной или письменной форме;
- отзыв рецензента (оппонента) ВКР в устной или письменной форме;
- ответ автора ВКР на вопросы и замечания;
- дискуссия;
- заключительное слово автора ВКР;

В своем отзыве руководитель ВКР обязан:

- определить степень самостоятельности студента в проведении научных исследований и анализе результатов;
- оценить полноту раскрытия темы студентами;
- оценить объем измерений, расчетов, сделанных в работе;
- установить уровень подготовки выпускника в области химических наук (технологии, производства), умение работать с приборами и оборудованием, освоение им комплекса теоретических и практических знаний, либо определить степень практической ценности работы;
- сделать вывод о возможной защите данной ВКР в ГАК.

Рецензент (оппонент) в отзыве о ВКР оценивает:

- степень актуальности и новизны работы;
- четкость формулировок цели и задач исследования или проекта;
- степень полноты обзора научной литературы;
- достоверность и обоснованность научных положений и выводов;
- научный аппарат работы и используемые в ней методы;
- теоретическую значимость результатов исследования;
- владение стилем научного изложения
- практическую направленность и актуальность проекта.

Отзыв завершает вывод о соответствии работы основным требованиям, предъявляемым к ВКР данного уровня.

Оценка за ВКР выставляется ГАК с учетом предложений рецензента (оппонента) и мнения руководителя. При оценке ВКР учитываются:

- содержание работы;
- ее оформление;
- характер защиты.

При выставлении оценки Государственная аттестационная комиссия руководствуется следующими критериями. Оценка **«отлично»** выставляется в том случае, если студент демонстрирует в работе научного характера:

- оригинальность научного исследования;
- использование адекватных способов решения теоретических и экспериментальных задач по измерению, расчету, проектированию;
- умение анализировать результаты исследования;
- использование в работе большого числа современных научных источников;
- доказательность основных положений исследования;
- умение оценивать погрешности измерений и расчетов;
- владение научным стилем речи;
- аргументированную защиту основных положений работы;
- владение основными стандартами оформления научного текста.

Оценка **«хорошо»** выставляется в том случае, если студент демонстрирует в работе научного характера:

- использование адекватных способов решения теоретических и экспериментальных задач по измерению, расчету, проектированию;
- использование в исследовании современных научных источников;
- умение оценивать погрешности измерений и расчетов;
- единичные (негрубые) погрешности в изложении материала и его оформлении;
- умение защитить основные положения своей работы.

Оценка **«удовлетворительно»** выставляется в том случае, если студент демонстрирует в работе научного характера:

- компилятивность теоретической части работы;
- ошибки в расчетах и выводах, не влияющие на результаты работы в целом;
- неумение оценивать погрешности измерений и расчетов;
- недостаточно глубокий анализ материала;

- стилистические и речевые ошибки;
- посредственную защиту основных положений работы.

Оценка **«неудовлетворительно»** выставляется в том случае, если студент демонстрирует:

- компилятивность работы;
- несамостоятельность анализа научного материала или этапов проектирования;
- серьезные ошибки в расчетах и выводах;
- неумение оценивать погрешности измерений и расчетов;
- грубые стилистические и речевые ошибки;
- неумение защитить основные положения работы.

СТРУКТУРА РАБОТЫ

Объем ВКР не должен превышать 70-80 страниц текста, набранного через 1,5 интервала 14 шрифтом. Работа должна содержать титульный лист, введение с указанием актуальности темы, целей и задач этой работы, характеристикой основных источников и научной литературы, методов исследования, использованных в ВКР; основную часть (которая может члениться на параграфы и главы), заключение, содержащее основные выводы и определяющее дальнейшие перспективы работы, список использованной литературы. Оформление ВКР должно соответствовать требованиям, устанавливаемым ГОСТ.

Таким образом, работа должна включать: титульный лист, содержание, введение, основную часть (обсуждение полученных результатов), выводы, список использованных источников, приложение.

В состав основной части работы входят: обзор литературы, экспериментальная часть, обсуждение результатов.

ТИТУЛЬНЫЙ ЛИСТ

Титульный лист оформляется по образцу 1.

СОДЕРЖАНИЕ

Содержание включает наименования всех разделов и подразделов с указанием номеров страниц, на которых размещается начало материала раздела, подраздела.

Пример

СОДЕРЖАНИЕ

1. Введение	2
2. Обзор литературы	4
2.1. Основные понятия и формулы, используемые математической статистикой	4
2.2. Случайные и систематические погрешности определения величин хроматографического удерживания	12
3. Экспериментальная часть	31
3.1 Реагенты и оборудование	31
3.2. Методика эксперимента	32

3.3. Оценка погрешностей измерения определяемых величин	35
4. Обсуждение результатов	42
5. Выводы	49
6. Список использованных источников	50
Приложение	54

ВВЕДЕНИЕ

Во введении к работе должны быть отражены: актуальность работы; цель работы; научная новизна и практическая значимость. Кроме того, во введении может говориться об апробации работы и публикациях на ее основе.

Цель работы должна быть четко изложена, следует избегать расплывчатых формулировок типа "было интересно ...", "представляет интерес ..." и т.п.

ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

В обзоре литературы проводится краткое критическое рассмотрение ранее опубликованных работ в данной области исследования. Обзору необходима не описательная, а систематизирующая, аналитическая направленность.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Если в работе проводились экспериментальные исследования, то в соответствующем разделе необходимо выделить следующие пункты: реагенты и оборудование, синтез исходных и исследуемых веществ, методика проведения эксперимента. Как можно большее число полученных экспериментальных данных следует приводить в виде таблиц. Методики синтеза и методики эксперимента должны быть написаны так, чтобы их можно было однозначно воспроизвести. Ошибками являются как отсутствие описания экспериментов, результаты которых затем обсуждаются, так и, наоборот, присутствие результатов, не обсуждаемых в тексте. Следует использовать единицы системы СИ и относительные атомные массы элементов по шкале ^{12}C , придерживаться терминологии, рекомендуемой ИЮПАК. При упоминании в тексте наименований иностранных фирм и организаций, названий фирменных продуктов и т. д. в русской транскрипции в скобках должно быть дано их оригинальное название. Все впервые полученные соединения должны быть названы. В препаративных методиках обязательно указывают количества реагентов в молях и единицах массы, объемы растворителей, массу и мольные проценты для катализаторов. Результаты химических анализов в тексте следует приводить строго по принятой форме.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Обсуждение результатов представляет собой обобщение и оценку результатов исследования. При этом необходимо обязательно дать оценку полноты решения поставленной задачи и достоверности полученных результатов. Желательно сравнение полученных результатов с аналогичными результатами отечественных и зарубежных исследователей. Возможно обсуждение полученных результатов и с точки зрения продолжения исследований по данной теме. При этом либо обосновывают необходимость проведения дополнительных исследований,

либо подчеркивают отрицательные результаты, приводящие к необходимости прекращения дальнейших исследований.

ВЫВОДЫ

Выводы должны быть сделаны по результатам работы. В выводах следует не ограничиваться только констатацией сделанного, но и дать оценку уровня выполненной работы.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

Список включает цитируемую в работе литературу: книги, справочники, статьи, авторские свидетельства, диссертации и т.п. Кроме литературы, представленной на традиционных бумажных носителях, в списке могут присутствовать ссылки на источники информации в электронной форме.

Источники располагаются в порядке упоминания их в тексте работы, таблицах или рисунках.

Список цитируемой литературы оформляется в соответствии с приведенными ниже образцами библиографических описаний.

Примеры библиографического описания

Однотомные издания

1. Вальтер Р.Е. Кольчато-цепная изомерия в органической химии. Рига: Зинатне. 2000. 191 с.
2. Ингольд К., Робертс Б. Реакции свободнорадикального замещения. М.: Мир, 2001. 255 с.
3. Физическая химия / Под ред. Я.И. Герасимова. М.: Наука. 2000. 175 с.
4. Коренман Я.И. Коэффициенты распределения органических соединений. Справочник. Воронеж: Изд-во ВГУ. 2001. 336 с.
5. Физические величины: справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 2001. 254 с.

Статья из сборника

1. С.Н. Ланин Адсорбционные модели удерживания в жидкостной хроматографии / 100 лет хроматографии / Отв. ред. Б.А. Руденко. М.: Наука. 2003. С. 407-425.
2. Л.С. Литвинова Скорость движения фронта элюента в ТСХ / Теория и практика хроматографии. Применение в нефтехимии: Всероссийская конференция. 3-8 июля 2005 г., Самара: сб. тез. Самара: «Универс-групп». 2005. С. 101 – 102 .

Статья из периодического издания

1. В.И. Пергушов, Д.А. Тюрин, Н.А. Чумакова // Вестн. Моск. ун-та. Сер. 2. Химия. 2009. Т. 50, № 3. С. 147-152.
2. Н.А. Эльтекова, Ю.А. Эльтеков // Журн. физ. химии. 2000. Т. 74, № 8. С. 1468-1473.
3. R.P.J. Ranatunga, P.W. Carr // Anal. Chem. 2000. V. 72. P. 5679-5692.
4. R.M. Smith // J. Chromatogr. A. 2008. V. 1184. P. 441-455.

Диссертации и авторефераты

1. Т.А. Рудницкая. Исследование и применение производных симм-гептазина в газовой хроматографии: дисс. канд. хим. наук / МГУ им. М.В. Ломоносова. М. 2000. 157 с.
2. А.А. Дахиль. Исследование электронного строения симизидов редкоземельных металлов методом рентгеновской спектроскопии: автореферат дисс. канд. физ.-мат. наук / СП-б. ГУ. СП-б. 2005. 16 с.

Патенты

1. Патент 1707916. РФ. Приемопередающее устройство / В.М. Корабельников, Ю.В. Беликов, И.И. Демин, А.М. Кругляк; заявитель и патентообладатель Самарский государственный университет. № 2000131736/09; заявл. 18.12.00; опубл. 20.08.02. // Бюллетень изобретений. 2000. № 14. С. 186.

ГОСТы

ГОСТ 8.505-84. Метрологическая аттестация методик выполнения измерений содержания компонентов проб веществ и материалов. Введ. 2002–01–01. М.: Изд-во стандартов. 2001. 16 с.

Электронные ресурсы

Alex A. Granovsky. <http://www.classic.chem.msu.su/gran/gamess/index.html>

ПРИЛОЖЕНИЕ

Приложение оформляется как продолжение работы и включает таблицы, диаграммы, рисунки, результаты статистической обработки и т.п. Вынесение побочного материала в приложение освобождает экспериментальную часть работы от нагромождения фактических данных, делает ее более четкой и лаконичной.

ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ

Работа должна быть набрана на компьютере (размер шрифта 14 пунктов, полуторный междустрочный интервал и напечатана на принтере в режиме качественной печати на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (297 x 211 мм). При распечатке текста следует обращать внимание на четкость печати и размещение в строке подстрочных и надстрочных символов, специальных символов (греческих букв, математических символов и т. п.), правильность взаимного расположения и выравнивания знаков в таблицах, уравнениях и схемах реакций. Иллюстрации и таблицы могут быть оформлены на листах не более 594 x 422 мм (формат А3).

Должны соблюдаться следующие размеры полей: левое - 30 мм, правое - 10 мм, верхнее - 15 мм, нижнее - 20 мм.

Заголовки разделов располагаются по центру текста и набираются (печатаются) прописными буквами. Заголовки подразделов набираются (печатаются) после отступа (15-17 мм) строчными буквами (первая прописная). Не допускается перенос слов в заголовках. Точку в конце заголовка не ставят. Если заголовок состоит из двух предложений, их разделяют точкой. Подчеркивать заголовки нельзя. Разделы начинаются с новой страницы. Расстояние между заголовком раздела и текстом должно быть равно 7-10 мм (1-2 пробела).

Все сокращения должны быть расшифрованы, за исключением небольшого числа общеупотребляемых.

Ссылки на литературу в тексте работы обозначаются порядковым номером, который заключается в квадратные скобки (например, [12]). Ссылки должны быть пронумерованы строго по порядку упоминания в тексте. В расчетных работах необходимо указывать авторов используемых программ.

Русские фамилии в тексте даются с инициалами перед фамилией. Фамилии иностранных авторов даются в русской транскрипции, далее в скобках желательно приводить их в оригинальном написании (за исключением имен, на которые даются ссылки в списке литературы).

Химические и математические формулы и символы в тексте должны быть также набраны на компьютере. Следует избегать громоздких математических обозначений, применяя, например, дробные показатели степени вместо корней, а также \exp - для экспоненциальной зависимости. Занумерованные формулы обязательно пишутся с красной строки, номер формулы ставится у правого края страницы. Желательно нумеровать лишь те формулы, на которые имеются ссылки в тексте.

Степень окисления элемента в химической формуле пишется в верхнем индексе римскими цифрами (например, $\text{Ru}^{\text{II}}(\text{O}_2\text{CCH}_3)_4 \text{Cl}$), а в тексте - в круглых скобках римскими цифрами (например, кобальт (II), платина (IV), Co (II), Pt (IV)).

НУМЕРАЦИЯ

Страницы нумеруются арабскими цифрами, номер проставляют в правом верхнем углу. На титульном листе номер не ставится, но включается в общую нумерацию.

Подразделы нумеруются в пределах каждого раздела, которые обозначают арабскими цифрами с точкой в конце (например, 1.). Номер подраздела состоит из номера раздела и его порядкового номера, разделенных точками. В конце номера подраздела также должна быть точка (например, 1.3.).

Иллюстрации (таблицы, схемы, графики, диаграммы, спектры), которые расположены на отдельных страницах работы, включают в общую нумерацию в пределах всей работы.

Иллюстрации (кроме таблиц) обозначаются “Рис.” и нумеруются последовательно арабскими цифрами в пределах всей работы (например, Рис. 2).

Таблицы нумеруются последовательно арабскими цифрами в пределах всей работы. При переносе части таблицы на другой лист над этой частью таблицы пишут, например, «Таблица 5 (продолжение)».

Примечания к тексту таблицы, в которых указывают справочные данные, нумеруют последовательно арабскими цифрами или звездочками. Если примечаний несколько, то после слова “Примечания” ставят двоеточие, например:

Примечания:

1. ... или *

2. ... или **

Если имеется одно примечание, то его не нумеруют и после слова “Примечание” ставят точку.

Математические формулы (и, при необходимости, уравнения или схемы химических реакций) в работе нумеруются арабскими цифрами в пределах всей

работы. Номер указывают с правой стороны листа (выравнивание номера по правому краю) на уровне формулы в круглых скобках [например, (3)].

Нумерация соединений для краткости и наглядности обсуждения проводится с использованием римских или арабских цифр, помещаемых в круглые скобки, например, 4-(2'-метилфенилокси) бензойная кислота (IX) при первом ее упоминании в тексте и кислота (IX) или соединение (IX) при последующих упоминаниях. Нумерация соединений должна соответствовать порядку их упоминания в тексте и на схемах реакций – только по возрастающей и без пропусков. Каждое химическое соединение может иметь только один номер. Ошибкой является использование одного и того же номера как для соединения, так и для его сольвата, гидрохлорида, аниона, протонированной формы и т.п.

ИЛЛЮСТРАЦИИ

Иллюстрации создаются с помощью того или иного графического редактора и затем распечатываются на принтере. Размеры иллюстраций должны быть не менее 5 x 6 и не более 18 x 24 см.

Иллюстрации должны содержать минимальное количество словесных обозначений, все пояснения следует вносить в подписи под ними.

Если иллюстрация представляет собой графическую зависимость, на которой имеется две или более кривых, то эти кривые обозначаются цифрами или буквами, значение которых поясняется в подписи к иллюстрации. В подписях под иллюстрациями не допускается воспроизведение небуквенных и нецифровых знаков, например, кружков, треугольников и т. д., использованных на иллюстрации.

Масштаб иллюстраций и всех обозначений на них должен быть таким, чтобы четко читался каждый знак. Иллюстрации располагают в тексте после первой ссылки на них.

Номер иллюстрации указывают под ней. Затем следует наименование иллюстрации и поясняющие данные.

Пример

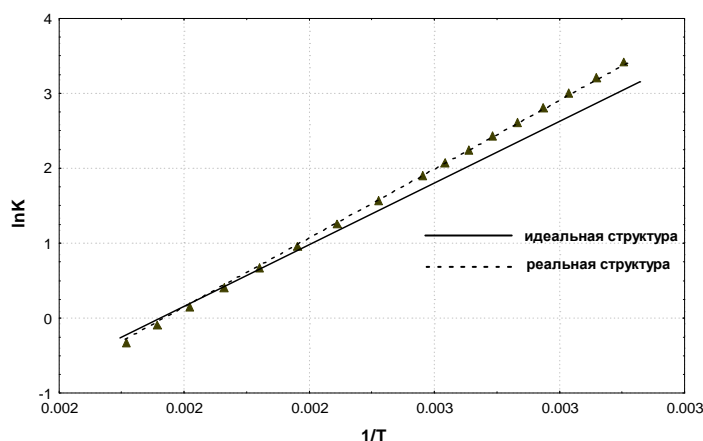


Рис.1. Рассчитанные (линии) и экспериментальные (точки) значения K_1 для адсорбции на ГТС адамантана [16]

ТАБЛИЦЫ

Цифровой материал оформляется, как правило, в виде таблицы. Таблицу размещают после первого упоминания о ней в тексте таким образом, чтобы ее можно было читать без поворота работы или с поворотом по часовой стрелке.

Каждая таблица должна иметь заголовок. Заголовок и слово “Таблица” начинаются с прописной буквы. Заголовок не подчеркивают.

Заголовки граф таблицы должны начинаться с прописной буквы, подзаголовки – со строчных, если они составляют одно предложение с заголовком, и прописных, если они самостоятельные.

Пример

Таблица 2
Растворимость адамантана в парафиновых углеводородах нормального строения C₅ – C₁₀ [40]

Растворитель	Концентрация насыщенного раствора (% вес.)	Растворимость адамантана (г/100мл растворителя)
н-Пентан	11,62	8,2±0,5
н-Гексан	11,82	8,8±0,3
н-Гептан	11,12	8,6±0,7
н-Октан	10,61	8,3±0,6
н-Нонан	9,87	7,9±0,5
н-Декан	9,86	8,0±0,3

МАТЕМАТИЧЕСКИЕ ФОРМУЛЫ И УРАВНЕНИЯ РЕАКЦИЙ

Математические формулы и уравнения реакций следует выделять из текста свободными строками. Выше и ниже формулы и уравнения должно быть оставлено не менее одной свободной строки. Если формула или уравнение не уместается в одну строку, оно должно быть перенесено после знаков равенства (=) или (→), плюс (+), минус (-), умножения (x) или деления (/) на другую.

Пояснение значений символов и числовых коэффициентов следует приводить непосредственно под формулой в той же последовательности, в какой они были даны в формуле. Значение каждого символа и числового коэффициента следует давать с новой строки. Первую строку объяснения начинают со слова “где” без двоеточия.

Пример

$$K_{1,c} = k V_M / A,$$

где V_M – объем подвижной фазы в колонке, мкл; A – площадь адсорбента в колонке, м²

ЧИСЛА. ПРАВИЛА ЗАПИСИ

Следует различать записи приближенных чисел по количеству значащих цифр.

Примеры

1. Следует различать числа 1,9 и 1,90. Запись 1,9 означает, что верны только цифры целых и десятых. Истинное значение числа может быть например 1,93 и 1,88. Запись 1,90 означает, что верны и сотые доли числа.

2. Запись 491 означает, что все цифры верны; если за последнюю цифру ручаться нельзя, то число должно быть записано $4,9 \times 10^2$ или $4,9 \cdot 10^2$.

Число, для которого дополнительно указывается отклонение, должно иметь последнюю значащую цифру того же разряда, что и последняя цифра отклонения.

Пример

Правильно $19,49 \pm 0,02$

Неправильно $19,49 \pm 0,2$ или $19,4 \pm 0,02$

Интервалы между числовыми значениями величин следует записывать таким образом: от 60 до 100, свыше 20, до 1000.

НАПИСАНИЕ ИНОСТРАННЫХ БУКВ И НЕКОТОРЫХ УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

Следует четко обозначать прописные (заглавные) и строчные буквы латинского и греческого алфавитов, имеющие сходные начертания: *C* и *c*; *K* и *k*; *P* и *p*; *O* и *o*; *S* и *s*; *I* и *i*; *V* и *v*; *W* и *w*; *Z* и *z* и т.д.

Принятые условные сокращения названий некоторых журналов и справочников

- Biochemische Zeitschrift
- Biochemistry
- Bulletin of the Chemical Society of Japan
- Bulletin des Societes chimiques beiges
- Bulletin de la Societe chimique de France
- Canadian Journal of Chemistry
- Chemical Abstracts
- Chemical Communications
- Chemical and Engineering News
- Chemical Reviews
- Chemicke listy
- Chemiker Zeitung
- Chemische Berichte
- Chemisches Zentralblatt
- Chemistry and Industry
- Chimie analytique
- Collection of Czechoslovak Chemical Communications
-
- Biochem. Z.
- Biochemistry
- Bull. Chem. Soc. Japan
- Bull. Soc. chim. belg.
- Bull. Soc. chim.
- Canad. J. Chem.
- C A.
- Chem. Commun.
 - Chem. Eng. News
- Chem. Rev.
- Chem. listy
- Chem. Ztg.
- Chem. Ber.
- Zbl.
- Chem. Ind.
- Chim. analyt.
- Coll. Czech. Chem. Commun.

- Comptes rendus hebdomadaires des seances de l'Academie
- des Sciences Die Naturwissenschaften
- Gazzetta chimica italiana
- Helvetica chimica acta
- Industrial and Engineering Chemistry
- Journal of the American Chemical Society
- Journal of Applied Chemistry
- Journal of Biological Chemistry
- Journal of Chemical Physics
- Journal of the Chemical Society (London)
- Journal de chimie physique et de physicochimie biologique
- Journal of Heterocyclic Chemistry
- Journal of the Indian Chemical Society
- Journal of Organic Chemistry
- Journal of Organometallic Chemistry
- Journal of Physical Chemistry
- Journal fur praktiscfye Chemie
- Monatshefte fur Chemie
- Nature (London)
- Organic Mass Spectrometry
- Organic Magnetic Resonance
- Proceedings of the Chemical Society (London)
- Proceedings of the Royal Society (London)
- Quarterly Reviews
- Recueil des travaux chimiques des Pays-Bas
- Revista de chimie (Bucharest)
- Roczniki Chemii
- Spectrochimica acta
- Synthesis
- Tetrahedron
- Tetrahedron Letters
- Transactions of the Faraday Society
- Zeitschrift fur anorganische und allgemeine Chemie
- Zeitschrift fur Chemie
- Zeitschrift fur Naturforschung
- Zeitschrift fur physikalische Chemie (DDR) (BRD)
- Beilsteins Handbuch der organischen Chemie
- C.r.
- Naturwiss.
- Gazz. chim. ital.
- Helv. chim. acta
- Ind. Eng. Chem.
- J. Am. Chem. Soc.
- J. Appl. Chem.
- J. Biol. Chem.
- J. Chem. Phys.
- J. Chem. Soc.
- J. chim. phys.
- J. Heterocyclic Chem.
- J. Indian Chem. Soc.
- J. Org. Chem.
- J. Organometal. Chem.
- J. Phys. Chem.
- J. pr. Chem.
- Monatsh. Chem.
- Nature
- OMS
- OMR
- Proc. Chem. Soc.
- Proc. Roy. Soc.
- Quart. Rev.
- Rec. trav. chim.
- Rev. chim.
- Roczn. Chem.
- Spectr. acta
- Synthesis
- Tetrahedron
- Tetrahedron Lett.
- Trans. Faraday Soc.
- Z. anorg. allg. Chem.
- Z. Chem.
- Z. Naturforsch.
- Z. phys. Chem. (DDR) (BRD)
- Beilst.

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Химический факультет

Кафедра _____
(название)

НАЗВАНИЕ РАБОТЫ
Магистерская диссертация

Выполнил(а) студент(ка)
_____ курса, _____ группы

(фамилия, имя, отчество)

(подпись)

Научный руководитель

(ученая степень, ученое звание)

(фамилия, инициалы)

(подпись)

Допустить к защите
Зав. кафедрой

(ученая степень, ученое звание)

(фамилия, инициалы)

(подпись)

“ ____ ” _____ 2014 г.

Работа защищена
“ ____ ” _____ 2014 г.

Оценка _____

Председатель ГАК

(ученая степень, ученое звание)

(фамилия, инициалы)

(подпись)

Самара 2014

ПИВОВАРОВА НАТАЛЬЯ АЛЕКСАНДРОВНА

**МИКРОКОЛОНОЧНАЯ ЖИДКОСТНО-АДСОРБЦИОННАЯ
ХРОМАТОГРАФИЯ С ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ В СЛОЕ СОРБЕНТА**

020100.68– физическая химия

Автореферат
магистерской диссертации на соискание академической степени магистра
по направлению подготовки 020100.68 – Химия
магистерская программа по физической химии

Самара – 2014

Работа выполнена в ФГБОУ ВПО «Самарский государственный университет»
Научный руководитель доктор химических наук, профессор
Онучак Людмила Артемовна

Рецензент Доктор химических наук, доцент
Правдивцева Ольга Евгеньевна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы связана с необходимостью разработки новых экспрессных и экономичных методов идентификации пищевых синтетических красителей в продуктах питания. В настоящее время для придания продуктам питания цвета и улучшения их вида в пищевой промышленности широко используют натуральные и синтетические красители. На данный момент большинство из предлагаемых на рынке красителей, используемых в пищевой промышленности, имеют искусственное происхождение.

Перечень синтетических красителей огромен и их использование часто вызывают тревогу. В июне 2008 г. Европейский парламент принял пакет законопроектов в отношении искусственных красителей в продуктах питания для детей. Согласно новому постановлению, продукты питания, содержащие следующие 6 пищевых красителей: тартразин (E-102), желтый хинолиновый (E-104), желтый «солнечный закат» (E-110), кармуазин (E-122), пунцовый 4R (E-124), красный очаровательный АС (E-129), должны иметь предостерегающую надпись на этикетке «может оказывать вредное влияние на поведение и внимание ребенка». В основном эти добавки содержатся в кондитерских изделиях и напитках. По некоторым данным, эти красители снижают уровень нейромедиатора допамина в мозге, что вызывает гиперактивность детей и негативно сказывается на познавательных способностях.

Контроль над содержанием любого синтетического красителя в пищевой продукции крайне важен, в частности, жёсткий контроль над качеством пищевых продуктов необходим для предотвращения возможности отравлений вследствие употребления некачественной продукции. О необходимости подобного контроля говорится в законе «О качестве и безопасности пищевых продуктов».

Работа выполнена при поддержке проекта 02.740.11.0650 ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 гг.

Цель работы. Разработка и оценка аналитических возможностей нового варианта микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии с детектированием в слое сорбента для определения пищевых синтетических красителей в сопоставлении с планарной тонкослойной хроматографией.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи:**

1. Выбрать оптимальные составы элюентов для определения пищевых красителей с помощью метода планарной тонкослойной хроматографии
2. Изучить характеристики хроматографического процесса в условиях микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии пищевых красителей под действием капиллярных сил (без давления).
3. Сопоставить характеристики хроматографического процесса в условиях микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии пищевых красителей под действием капиллярных сил и с принудительной подачей элюента (под давлением).
4. Оценить возможности метода микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии с движением элюента под действием капиллярных сил для определения синтетических красителей в пищевых продуктах и сопоставить его с планарной тонкослойной хроматографией.

Научная новизна. В работе впервые применен новый вариант жидкостно-адсорбционной хроматографии – микроколоночная жидкостно-адсорбционная хроматография с денситометрическим детектированием зон сорбатов в слое сорбента для определения пищевых синтетических красителей в безалкогольных напитках и соках с помощью элюентов, разработанных предварительно методом планарной тонкослойной хроматографии.

Практическая значимость работы. Показана возможность определения пищевых синтетических красителей в безалкогольных напитках и соках с помощью нового варианта микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии с движением элюента под действием капиллярных сил. Установлено, что новый вариант проведения хроматографического процесса более экономичен, чем стандартный метод планарной ТСХ за счет миниатюризации и упрощения хроматографической системы и обеспечивает лучшую воспроизводимость величин R_f за счет отсутствия влияния газовой фазы на хроматографический процесс. Конечные значения R_f устанавливаются за меньший промежуток времени за счет меньшей длины хроматографического слоя. Показано, что методом планарной ТСХ с использованием разработанных элюентов возможно провести количественный анализ синтетических красителей в исследуемых напитках.

Публикации и апробация работы. Материалы работы опубликованы в 9 работах (из них 2 статьи в центральной печати, 2 заявки на получение патента и 5 публикаций в материалах конференций). Основные материалы диссертации были доложены на Всероссийском конкурсе научно-исследовательских работ бакалавров в области химии (2010, Уфа), XXXVI Самарской областной студенческой научной конференции (2010, Самара), Всероссийской конференции «Хроматография – народному хозяйству» (2010, Дзержинск), Международной научно-технической конференции (2011, Владивосток), Областной научно-технической школе «Кадры будущего» (2011, Дубна), XXXVIII Самарской областной студенческой научной конференции (2012, Самара).

Объем и структура диссертации. Диссертация состоит из введения, обзора литературы, пяти глав, в которых описаны результаты экспериментальных и теоретических исследований, выводов, списка использованной литературы. Диссертация изложена на 84 страницах машинописного текста, содержит 20 таблиц, 29 рисунков, список использованных источников из 45 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертационного исследования, сформулированы цели и задачи работы.

Глава 1 (обзор литературы) состоит из 3 разделов, в которых рассматриваются пищевые красители, их определение с помощью методов тонкослойной хроматографии, высокоэффективной жидкостной хроматографии, капиллярного электрофореза, а так же описывается новый метод микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии.

Во **2-й главе** представлены характеристики **объектов и методов исследования**. Для нового способа жидкостно-хроматографического процесса было изготовлено свыше 100 колонок, заполненных сорбентом. (Дальнейшее описание методик)

Глава 3 посвящена подбору оптимальных элюентов для определения пищевых синтетических красителей, изучению физико-химических закономерностей микроколоночной хроматографии в потоке элюента под действием капиллярных сил, а так же с принудительной подачей элюента и качественному и количественному анализу безалкогольных напитков.

(Дальнейшая краткая характеристика результатов работы)

ВЫВОДЫ:

1. Методом планарной ТСХ показано, что для анализа восьми наиболее часто используемых синтетических пищевых красителей следует использовать в качестве элюента три оптимальные системы: $(C_2H_5)_2NH - CHCl_3 - C_2H_5OH - 25\%$ водный раствор NH_4OH (6:5:6:0,7 об.) (элюент I); $C_2H_5OH - i-C_4H_9OH - 25\%$ водный раствор NH_4OH (2:2:0,3 об.) (элюент II); $C_3H_6O - i-C_4H_9OH - KOH 0,1$ н – C_2H_5OH (0,5:1:0,7:0,04 об.) (элюент III).
2. Показана возможность применения микроколоночной ЖАХ под действием капиллярных сил для анализа синтетических пищевых красителей. Метод колоночной ЖАХ более экономичен, чем метод планарной ТСХ за счет миниатюризации и упрощения хроматографической системы и обеспечивает лучшую воспроизводимость величин R_f . Конечные значения R_f устанавливаются за меньший промежуток времени.
3. На примере пищевых синтетических красителей (Е-122 и смеси Е-122 + Е-133) изучены закономерности движения и размывания зоны красителя в условиях микроколоночной ЖАХ с принудительной подачей элюента (под давлением). При постоянном давлении ($p = 2,03$ атм) время проведения анализа сокращается в 20 раз, а величина R_s , характеризующая разделение пиков, увеличивается в 1,5 раза за счет уменьшения размывания зоны красителя.
4. Разработаны методы определения синтетических пищевых красителей в напитках (8 соках и 8 лимонадах) с использованием планарной тонкослойной хроматографии и микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии под действием капиллярных сил. Во всех соках не обнаружено синтетических красителей, в 5 лимонадах синтетические красители присутствуют, как и заявлено производителем, в 3 лимонадах обнаружены красители, не указанные на этикетке.
5. Показана возможность применения планарной ТСХ в сочетании с программной обработкой хроматограмм для количественного определения концентрации синтетического пищевого красителя в лимонадах.

Список публикаций по теме диссертации в ведущих рецензируемых научных журналах, включенных в перечень ВАК Минобрнауки РФ

1. Онучак Л.А., Пивоварова Н.А., Зотова А.В., Макарова Н.В. Микроколоночная жидкостно-адсорбционная хроматография для анализа синтетических красителей в безалкогольных напитках и соках. // Пищевая промышленность. 2012. №1. С. 56-57.

2. Онучак Л.А., Пивоварова Н.А., Зотова А.В., Макарова Н.В. Анализ синтетических красителей в безалкогольных напитках и соках с использованием нового метода микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии. // Техника и технология пищевых производств. 2012. № 2. С. 144 - 148.

Список заявок на получение патента РФ

1. Л.А. Онучак, Е.Н. Евтюгина, В.Г. Березкин, Ю.И. Арутюнов, Н.А. Пивоварова. Способ хроматографического анализа в закрытом тонком слое сорбента и устройство для его осуществления. / Заявка на получение патента РФ (№2011138613 от 20.09.2011 г.).

2. Л.А. Онучак, В.Г. Березкин, Ю.И. Арутюнов, Н.А. Пивоварова. Способ жидкостной хроматографии и устройство для его осуществления. / Заявка на получение патента РФ (№2011138615 от 20.09.2011).

Список публикаций в сборниках тезисов конференций

1. Пивоварова Н.А., Онучак Л.А. Анализ антибиотиков группы цефалоспоринов с помощью планарной и капиллярной тонкослойной хроматографии // Тезисы докладов Всеросс. конкурс научно-исследовательских работ бакалавров в области химии, Уфа, 7-9 ноября, 2010. С. 78.

2. Пивоварова Н.А. Количественная тонкослойная хроматография антибиотиков групп тетрациклина и цефалоспоринов. // Тезисы докладов XXXVI Самарской областной студенческой научной конференции (часть I), Самара, 13-23 апреля 2010г. С. 234.

3. Евтюгина Е.Н., Березкин В.Г., Онучак Л.А., Пивоварова Н.А. Применение капиллярной тонкослойной хроматографии для определения цефалоспориновых антибиотиков // Тезисы докладов Всеросс. конф. «Хроматография – народному хозяйству», Дзержинск, 19-23 апреля, 2010 г. С. 131-132.

4. Онучак Л.А., Пивоварова Н.А., Макарова Н.В. Применение нового метода микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии для анализа синтетических красителей в безалкогольных напитках и соках. // Инновационные технологии переработки продовольственного сырья : материалы Междунар.научн.-техн.конф. – Владивосток: Дальрыбвтуз, 2011. –С. 441-444.

5. Пивоварова Н.А. Анализ синтетических красителей в безалкогольных напитках и соках с использованием нового метода микроколоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии. // Тезисы докладов XXXVIII Самарской областной студенческой научной конференции (часть I), Самара, 10-20 апреля 2012г. С. 128.

Список использованных источников

1. Федеральный государственный образовательный стандарт специальности 020201.65 Фундаментальная и прикладная химия, утвержден приказом Министерства образования и науки Российской Федерации №2061 от 24 декабря 2010.

2. ГОСТ 7.1 – 2003. Библиографическая запись. Библиографическое описание. Общие требования и правила составления. Утв. 2003.– (Система стандартов по информации, библиотечному и издательскому делу).

3. Соловова Н.В., Никонов В.И. Внутривузовское учебное издание: методические рекомендации – Самара: Изд-во «Универс - групп», 2006.– 28 с.

4. Бокий Г.Б., Голубкова Н.А. Введение в номенклатуру ИЮПАК: Как называть химическое соединение. - М.: Наука, 1989. -184 с.