

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Б1.В.ДВ.05.02
(индекс дисциплины)

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Хроматографические методы анализа

(наименование дисциплины)

по направлению подготовки

18.03.02 Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии

направленность (профиль)

Рациональное природопользование, рециклинг и утилизация отходов

Форма обучения: заочная

Год набора: 2020

Общая трудоемкость: 4 ЗЕ

Распределение часов дисциплины по семестрам

Семестр	5	Итого
Форма контроля	зачет	
Вид занятий		
Лекции	4	4
Лабораторные	4	4
Практические	8	8
Руководство: курсовые работы (проекты) / РГР		
Промежуточная аттестация	0,25	0,25
Контактная работа	16,25	16,25
Самостоятельная работа	124	124
Контроль	3,75	3,75
Итого	144	144

Рабочую программу составил(и):

доцент, к.х.н. Григорьева О.Б.

(должность, ученое звание, степень, Фамилия И.О.)

Рецензирование рабочей программы дисциплины:

☒

Отсутствует

☐

Рецензент

(должность, ученое звание, степень, Фамилия И.О.)

Рабочая программа дисциплины составлена на основании ФГОС ВО и учебного плана направления подготовки

18.03.02 Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии

Срок действия рабочей программы дисциплины до «__» _____ 20__ г.

СОГЛАСОВАНО

Заведующий кафедрой «Химическая технология и ресурсосбережение»

«__» _____ 20__ г.

(подпись) М.В. Кравцова
(И.О. Фамилия)

УТВЕРЖДЕНО

На заседании центра медицинской химии

(протокол заседания № 3 от «19» сентября 2019 г.).

1. Цель освоения дисциплины

Цель освоения дисциплины – формирование знаний и понятий по основным вопросам хроматографии, формирование умений и навыков экспериментальной работы.

2. Место дисциплины в структуре ОПОП ВО

Дисциплины и практики, на освоении которых базируется данная дисциплина: – «Общая и неорганическая химия»; «Органическая химия»; «Аналитическая химия», «Физическая химия», «Физико-химические методы анализа».

Дисциплины и практики, для которых освоение данной дисциплины необходимо как предшествующее: «Методы и приборы контроля окружающей среды и экологический мониторинг», «Экологическая экспертиза», «Подготовка к процедуре защиты и процедура защиты ВКР».

3. Планируемые результаты обучения

Формируемые и контролируемые компетенции (код и наименование)	Индикаторы достижения компетенций (код и наименование)	Планируемые результаты обучения
ПК-14. Способность применять современные методы исследования технологических процессов и природных сред, использовать компьютерные средства в научно-исследовательской работе	-	Знать: – основные принципы и методы качественного и количественного хроматографического анализа; - аппаратное оформление; - компьютерные программы обработки хроматографических данных
		Уметь: – подбирать оптимальные условия проведения хроматографического процесса - настраивать современные хроматографические приборы через их программное обеспечение
		Владеть: – методиками поиска подходящего варианта разделения веществ; - способами оценки погрешности физико-химического эксперимента - навыками компьютерной обработки хроматографического сигнала
ПК-15. Способность планировать экспериментальные исследования, получать, обрабатывать и анализировать полученные результаты.	-	Знать: – теоретические основы хроматографии; - классификации хроматографических процессов; - возможности применения современных методов

Формируемые и контролируемые компетенции (код и наименование)	Индикаторы достижения компетенций (код и наименование)	Планируемые результаты обучения
		хроматографии
		<p>Уметь:</p> <ul style="list-style-type: none"> - проводить вычисления с использованием основных величин, описывающих хроматографическое разделение; - определять основные характеристики хроматографического процесса из хроматограммы;
		<p>Владеть:</p> <ul style="list-style-type: none"> — основными методами качественного и количественного хроматографического анализа - приемами интерпретации экспериментальных результатов

4. Структура и содержание дисциплины

Модуль (раздел)	Вид учебной работы	Наименование тем занятий (учебной работы)	Семестр	Объем, ч.	Баллы	Интерактив, ч.	Формы текущего контроля (наименование оценочного)
Модуль 1. Газохроматографический анализ	Лекция 1 (Лек 1)	Основные понятия. Терминология. Классификация методов ГХ. Основные узлы газохроматографической	5	2	-	-	
	Самостоятельная работа 1 (Ср 1)	Детекторы. Основные параметры хроматографического пика. Теория ВЭТТ. Причины уширения пика. Кривая Ван-Деемтера.	5	12	-	-	
	Практическое занятие 1 (Пр 1)	Детекторы в газовой хроматографии	5	2	-	-	Опрос
	Лабораторное занятие №1 (Лаб 1)	Определение содержания примесей в техническом циклогексане методом внутренней нормализации	5	2	-	-	Отчет по лабораторной работе № 1
	Самостоятельная работа 2 (Ср 2)	Определение оптимальных условия газохроматографического удерживания. Виды неподвижных фаз. Классификация сорбентов и сорбатов.	5	10	-	-	
	Лабораторное занятие № 2 (Лаб 2)	Определение содержания массовой доли основного вещества в н-бутаноле методом внутреннего стандарта	5	2	-	-	Отчет по лабораторной работе № 2

Модуль (раздел)	Вид учебной работы	Наименование тем занятий (учебной работы)	Семестр	Объем, ч.	Баллы	Интерактив, ч.	Формы текущего контроля (наименование оценочного)
	Практическое занятие 2 (Пр 2)	Неподвижные жидкие фазы в хроматографии	5	2	-	-	Опрос
	Самостоятельная работа 3 (Ср 3)	Механизмы удерживания в газовой хроматографии. Методы качественного и количественного анализа	5	12	-	-	-
	Практическое занятие 3 (Пр 3)	Методы количественного анализа	5	2	-	-	Опрос
	Самостоятельная работа 4 (Ср 4)	Применение газовой хроматографии в аналитическом контроле производств	5	10			
	Самостоятельная работа 5 (Ср 5)	Проработка лекционного материала и рекомендуемой литературы, подготовка к практическим работам и к отчетам по лабораторным работам	5	35	-	-	
Модуль 2. Методы жидкостной хроматографии	Лекция 2 (Лек 2)	Основные термины и понятия. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Детекторы. Варианты жидкостной хроматографии. Виды неподвижных фаз для ЖХ	5	2	-	-	

Модуль (раздел)	Вид учебной работы	Наименование тем занятий (учебной работы)	Семестр	Объем, ч.	Баллы	Интерактив, ч.	Формы текущего контроля (наименование оценочного)
	Практическое занятие 4 (Пр 4)	Высокоэффективная жидкостная хроматография	5	2	-	-	Опрос
	Самостоятельная работа 6 (Ср 6)	Ионная хроматография. Ион-парный вариант ВЭЖХ. Мицеллярная и эксклюзионная хроматография. Гидрофильная хроматография. Хроматография с переносом заряда.	5	15	-	-	
	Самостоятельная работа 7 (Ср 7)	Проработка лекционного материала и рекомендуемой литературы, подготовка к практическим работам и к отчетам по лабораторным работам	5	15	-	-	
Модуль 3. Гибридные методы хроматографии	Самостоятельная работа 8 (Ср 8)	Сверхкритическая флюидная хроматография. Капиллярный электрофорез. Хроматография с масс-спектрометрией, АЭ-спектрометрией, другие гибридные методы хроматографии.	5	15	-	-	
	Промежуточная аттестация (ПА)	Промежуточная аттестация	5	0,25	-	-	Вопросы к зачету

Модуль (раздел)	Вид учебной работы	Наименование тем занятий (учебной работы)	Семестр	Объем, ч.	Баллы	Интерактив, ч.	Формы текущего контроля (наименование оценочного)
	Контроль (зачет)	Зачет	5	3,75	-	-	Вопросы к зачету
Итого:				144	-		

5. Образовательные технологии

При реализации дисциплины «Хроматографические методы анализа» используются следующие технологии:

- технология традиционного обучения, включающая лекции и лабораторные работы, которые предполагают последовательное изложение материала преподавателем. Лекция с элементами дискуссии, лекции-беседы. Форма текущего контроля – отчет по лабораторным работам;
- изучение теоретического материала дисциплины на лекциях с использованием компьютерных и интерактивных технологий;
- самостоятельное изучение теоретического материала дисциплины с использованием *Internet*-ресурсов, информационных баз, методических разработок, специальной учебной и научной литературы.

6. Методические указания по освоению дисциплины

МОДУЛЬ 1

Газохроматографический анализ

Темы лекционных занятий: Основные понятия. Терминология. Классификация методов ГХ. Основные узлы газохроматографической аппаратуры. Детекторы.

Основные параметры хроматографического пика. Теория ВЭТТ. Причины уширения пика. Кривая Ван-Деемтера. Определение оптимальных условий газохроматографического удерживания.

Виды неподвижных фаз. Классификация сорбентов и сорбатов. Механизмы удерживания в газовой хроматографии. Методы качественного и количественного анализа.

Темы лабораторных работ: Проводятся лабораторные работы по газохроматографическому практикуму на газовых хроматографах в лаборатории хроматографии согласно лабораторному практикуму.

Изучив данный модуль, студент должен: сформировать представление о состоянии современного газохроматографического анализа, его возможностях, основных направлениях и тенденциях развития.

Знать:

- теоретические основы газовой хроматографии, основные методы качественного и количественного хроматографического анализа;
- аппаратное оформление газохроматографического процесса

Уметь:

- реализовывать методики хроматографического определения веществ в условиях газовой хроматографии, определять основные характеристики хроматографического процесса из хроматограммы; интерпретировать экспериментальные результаты
- подбирать оптимальные условия проведения хроматографического разделения

Владеть:

- методиками поиска подходящего варианта разделения веществ; способами оценки погрешности физико-химического эксперимента
- навыками работы на современном хроматографическом оборудовании.

Методические рекомендации по изучению темы

При освоении темы необходимо:

– Ознакомиться с имеющимися литературными источниками (учебниками, монографиями, электронными ресурсами, статьями в ведущих химических журналах), лекциями преподавателей

– Сформировать понимание физико-химических процессов удерживания сорбатов различного строения на различных по природе неподвижных фазах

– Ответить на контрольные вопросы:

1. Дайте определение хроматографии.
2. Какие особенности хроматографии позволяют достичь лучшего разделения веществ с близкими свойствами по сравнению с другими методами разделения.
3. Перечислите способы получения хроматограмм. Что используется в качестве элюентов в каждом из способов?
4. Как можно осуществлять идентификацию определяемых соединений в смеси после их хроматографического разделения?
5. Что такое индексы удерживания? Какие системы индексов удерживания используют в хроматографии (преимущественно в газовой)?
6. Перечислите способы количественного анализа в хроматографии. Сравните их между собой.
7. Перечислите основные положения концепции теоретических тарелок. В чем ее недостатки?
8. Как оценивают эффективность хроматографической колонки? Как величина эффективности отражается на форме хроматографического пика?
9. Какая из теорий хроматографии дает основу для оптимизации эффективности хроматографической колонки?
10. Какие типы колонок используют в хроматографии? Сравните их между собой.
11. Как зависит высота, эквивалентная теоретической тарелке, от скорости потока подвижной фазы: а) для насадочных (набивных) колонок и капиллярных колонок в газовой хроматографии; б) для насадочных колонок в газовой и жидкостной хроматографии?
12. Как влияет форма изотермы сорбции на форму хроматографического пика?
13. Какая величина используется в хроматографии для оптимизации условий хроматографического разделения?
14. От каких факторов зависит величина разрешения?
15. Какие варианты газовой хроматографии вы знаете? Сравните их возможности, укажите область применения.
16. В чем преимущества капиллярной газовой хроматографии? Чем они определяются?
17. Сравните два режима разделения в газовой хроматографии – изотермический и программирование температуры.
18. Перечислите детекторы в газовой хроматографии.
19. На чем основано получение сигнала при использовании катарометра? Почему в этом случае теплопроводность газа-носителя должна быть как можно большей?
20. Какой газ-носитель следует выбрать при использовании катарометра: а) для определения низких концентраций метана, окиси углерода или кислорода; б) водорода?
21. На чем основано получение сигнала при использовании ионизационных детекторов? Сравните принцип работы пламенно-ионизационного детектора и детектора электронного захвата.
22. Объясните принцип работы фото-ионизационного детектора в газовой хроматографии. В чем его достоинства?
23. Перечислите преимущества масс-спектрометрического детектора. Объясните принцип его работы.
24. С какой целью в газовой хроматографии используют системы с двумя последовательно соединенными детекторами? По какому принципу эти детекторы выбирают?

25. Что такое – реакционная газовая хроматография? Какие Вы знаете варианты метода? В чем преимущества и недостатки реакционной газовой хроматографии?
26. Какие аналитические задачи позволяет решать метод газовой хроматографии?
27. Можно ли определять неорганические соединения с использованием газовой хроматографии? Какие варианты метода используют для этого?

МОДУЛЬ 2

Методы жидкостной хроматографии

Темы лекционных занятий: Основные термины и понятия. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Детекторы. Варианты жидкостной хроматографии. Виды неподвижных фаз для ЖХ. Растворители для ВЭЖХ. Полярность растворителя, элюотропный ряд. Механизмы удерживания. Ионная хроматография. Ион-парный вариант ВЭЖХ. Мицеллярная и эксклюзионная хроматография. Гидрофильная хроматография. Хроматография с переносом заряда. Тонкослойная хроматография (ТСХ).

Темы лабораторных работ: Проводятся лабораторные работы по жидкостной хроматографии в лаборатории хроматографии согласно лабораторному практикуму.

Изучив данный модуль, студент должен: сформировать представление о состоянии современной жидкостной хроматографии, в том числе ее тонкослойном варианте, о возможностях ВЭЖХ и ее применении в аналитической практике.

Знать:

- теоретические основы жидкостной хроматографии, основные методы качественного и количественного хроматографического анализа;
- аппаратное оформление процесса жидкостной хроматографии

Уметь:

- реализовывать методики хроматографического определения веществ в условиях жидкостной хроматографии, определять основные характеристики хроматографического процесса из хроматограммы; интерпретировать экспериментальные результаты
- подбирать оптимальные условия проведения хроматографического разделения

Владеть:

- методиками поиска подходящего варианта разделения веществ; способами оценки погрешности физико-химического эксперимента
- навыками работы на современном ВЭЖХ оборудовании.

Методические рекомендации по изучению темы

При освоении темы необходимо:

- Ознакомиться с имеющимися литературными источниками (учебниками, монографиями, электронными ресурсами, статьями в ведущих химических журналах), лекциями преподавателей
- Усвоить основные теории, объясняющие механизм удерживания в различных вариантах ВЭЖХ
- Обратить внимание на влияние природы элюента на удерживание сорбатов в условиях жидкостной хроматографии
- Ответить на контрольные вопросы:

1. Перечислите особенности и преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Какие варианты метода используют в аналитической практике?
2. Какие сорбенты используют в ВЭЖХ? Каким требованиям они должны отвечать?
3. Почему наиболее популярные сорбенты в ВЭЖХ – силикагель и, особенно, модифицированные силикагели? Как проводят модификацию силикагеля?
4. Перечислите требования к подвижной фазе в ВЭЖХ.
5. Чем определяется элюирующая способность подвижной фазы в жидкостной хроматографии?
6. Как подбирают состав подвижной фазы в жидкостной хроматографии?
7. Что такое градиентный режим элюирования? Какими преимуществами он обладает по сравнению с изократическим элюированием?
8. Как влияет температура на эффективность и селективность разделения в жидкостной хроматографии?
9. Сравните два варианта адсорбционной ВЭЖХ – нормально-фазовый и обращенно-фазовый.
10. Какие модели можно использовать для описания механизма разделения веществ в нормально-фазовой хроматографии?
11. Какими закономерностями описывается удерживание веществ в обращенно-фазовой ВЭЖХ?
12. Что такое – ион-парная обращенно-фазовая ВЭЖХ? Какие неподвижные и подвижные фазы используют в данном варианте хроматографии?
13. Как повысить (понижить) элюирующую способность подвижной фазы в нормально-фазовой, обращенно-фазовой и ион-парной хроматографии?
14. Перечислите основные детекторы, которые используют в ВЭЖХ.
15. Сравните принцип работы и возможности применения спектрофотометрического и флуориметрического детекторов в ВЭЖХ.
16. Какие вещества можно определять при использовании амперометрического детектора? На чем основано получение сигнала при использовании этого детектора?
17. Дайте определение ионной хроматографии.
18. Требования к ионообменникам в ионной хроматографии. Как их синтезируют?
19. Как проводят разделение анионов (катионов) двухколоночной ионной хроматографией? В чем состоит роль подавляющей колонки (системы)?
20. Перечислите достоинства и недостатки планарной (тонкослойной) хроматографии (ТСХ).
21. Перечислите варианты элюирования компонентов в ТСХ.
22. Какие Вы знаете способы идентификации веществ в ТСХ.
23. Какие приемы используют для количественного определения компонентов в тонкослойной хроматографии?
24. Как можно повысить эффективность разделения компонентов в планарной (тонкослойной хроматографии).

МОДУЛЬ 3

Гибридные методы хроматографии

Темы лекционных занятий: Сверхкритическая флюидная хроматография. Капиллярный электрофорез. Хроматография с масс-спектрометрией, АЭ-спектрометрией, другие гибридные методы хроматографии.

Изучив данный модуль, студент должен: сформировать представление о современном состоянии гибридных методов в хроматографии, их возможностях, достоинствах и применении в аналитической практике.

Знать:

- теоретические основы СКФХ, капиллярного электрофореза, Хромато-масс-спектрометрии. Основные методы качественного и количественного хроматографического анализа;
- аппаратное оформление гибридных методов хроматографии

Уметь:

- сравнивать преимущества и недостатки вышеуказанных методов
- определять подходящий метод для решения конкретной задачи

Владеть:

- методиками поиска подходящего варианта разделения веществ; способами оценки погрешности физико-химического эксперимента

Методические рекомендации по изучению темы

При освоении темы необходимо:

- Ознакомиться с имеющимися литературными источниками (учебниками, монографиями, электронными ресурсами, статьями в ведущих химических журналах), лекциями преподавателей
- Усвоить теоретические основы СКФХ, капиллярного электрофореза, хромато-масс-спектрометрии.
- Обратить внимание на аппаратное решение гибридных методов
- Ответить на контрольные вопросы:
 1. На чем основано разделение веществ в методе капиллярного электрофореза (КЭ).
 2. Какие варианты капиллярного электрофореза Вы знаете? Чем определяется время миграции веществ в КЭ?
 3. В чем причина возникновения электроосмотического потока (ЭОП)? Какие факторы влияют на его направление и величину?
 4. Укажите направление движения ЭОП, катионов и анионов в немодифицированном кварцевом капилляре при приложении напряжения.
 5. Как можно обратить ОЭП? Для чего используют этот прием в КЭ?
 6. Укажите направление движения ЭОП, катионов, анионов в модифицированном капилляре при приложении напряжения. Нарисуйте общий вид электрофореграммы.

7. Оценочные средства

7.1. Паспорт оценочных средств

Семестр	Код контролируемой компетенции (или ее части)	Наименование оценочного средства
5	ПК-14	Отчеты по лабораторным работам 1-6 Вопросы к зачету 1-46
5	ПК-15	Отчеты по лабораторным работам 1-6 Вопросы к зачету 1-46

7.2. Типовые задания или иные материалы, необходимые для текущего контроля

7.2.1. Вопросы для собеседования и сдачи отчетов

Типовой(ые) пример(ы) задания(ий)

1. Дайте определение хроматографии.
2. Какие особенности хроматографии позволяют достичь лучшего разделения веществ с близкими свойствами по сравнению с другими методами разделения.
3. Перечислите способы получения хроматограмм. Что используется в качестве элюентов в каждом из способов?
4. Как можно осуществлять идентификацию определяемых соединений в смеси после их хроматографического разделения?
5. Что такое индексы удерживания? Какие системы индексов удерживания используют в хроматографии (преимущественно в газовой)?
6. Перечислите способы количественного анализа в хроматографии. Сравните их между собой.
7. Перечислите основные положения концепции теоретических тарелок. В чем ее недостатки?
8. Как оценивают эффективность хроматографической колонки? Как величина эффективности отражается на форме хроматографического пика?
9. Какая из теорий хроматографии дает основу для оптимизации эффективности хроматографической колонки?
10. Какие типы колонок используют в хроматографии? Сравните их между собой.
11. Как зависит высота, эквивалентная теоретической тарелке, от скорости потока подвижной фазы: а) для насадочных (набивных) колонок и капиллярных колонок в газовой хроматографии; б) для насадочных колонок в газовой и жидкостной хроматографии?
12. Как влияет форма изотермы сорбции на форму хроматографического пика?
13. Какая величина используется в хроматографии для оптимизации условий хроматографического разделения?
14. От каких факторов зависит величина разрешения?
15. Какие варианты газовой хроматографии вы знаете? Сравните их возможности, укажите область применения.
16. В чем преимущества капиллярной газовой хроматографии? Чем они определяются?
17. Сравните два режима разделения в газовой хроматографии – изотермический и программирование температуры.
18. Перечислите детекторы в газовой хроматографии.
19. На чем основано получение сигнала при использовании катарометра? Почему в этом случае теплопроводность газа-носителя должна быть как можно большей?

20. Какой газ-носитель следует выбрать при использовании катарометра: а) для определения низких концентраций метана, окиси углерода или кислорода; б) водорода?
21. На чем основано получение сигнала при использовании ионизационных детекторов? Сравните принцип работы пламенно-ионизационного детектора и детектора электронного захвата.
22. Объясните принцип работы фото-ионизационного детектора в газовой хроматографии. В чем его достоинства?
23. Перечислите преимущества масс-спектрометрического детектора. Объясните принцип его работы.
24. С какой целью в газовой хроматографии используют системы с двумя последовательно соединенными детекторами? По какому принципу эти детекторы выбирают?
25. Что такое – реакционная газовая хроматография? Какие Вы знаете варианты метода? В чем преимущества и недостатки реакционной газовой хроматографии?
26. Какие аналитические задачи позволяет решать метод газовой хроматографии?
27. Можно ли определять неорганические соединения с использованием газовой хроматографии? Какие варианты метода используют для этого?
28. Перечислите особенности и преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Какие варианты метода используют в аналитической практике?
29. Какие сорбенты используют в ВЭЖХ? Каким требованиям они должны отвечать?
30. Почему наиболее популярны сорбенты в ВЭЖХ – силикагель и, особенно, модифицированные силикагели? Как проводят модификацию силикагеля?
31. Перечислите требования к подвижной фазе в ВЭЖХ.
32. Чем определяется элюирующая способность подвижной фазы в жидкостной хроматографии?
33. Как подбирают состав подвижной фазы в жидкостной хроматографии?
34. Что такое градиентный режим элюирования? Какими преимуществами он обладает по сравнению с изократическим элюированием?
35. Как влияет температура на эффективность и селективность разделения в жидкостной хроматографии?
36. Сравните два варианта адсорбционной ВЭЖХ – нормально-фазовый и обращенно-фазовый.
37. Какие модели можно использовать для описания механизма разделения веществ в нормально-фазовой хроматографии?
38. Какими закономерностями описывается удерживание веществ в обращенно-фазовой ВЭЖХ?
39. Что такое – ион-парная обращенно-фазовая ВЭЖХ? Какие неподвижные и подвижные фазы используют в данном варианте хроматографии?
40. Как повысить (понижить) элюирующую способность подвижной фазы в нормально-фазовой, обращенно-фазовой и ион-парной хроматографии?
41. Перечислите основные детекторы, которые используют в ВЭЖХ.
42. Сравните принцип работы и возможности применения спектрофотометрического и флуориметрического детекторов в ВЭЖХ.
43. Какие вещества можно определять при использовании амперометрического детектора? На чем основано получение сигнала при использовании этого детектора?
44. Дайте определение ионной хроматографии.
45. Требования к ионообменникам в ионной хроматографии. Как их синтезируют?
46. Как проводят разделение анионов (катионов) двухколоночной ионной хроматографией? В чем состоит роль подавляющей колонки (системы)?
47. Перечислите достоинства и недостатки планарной (тонкослойной) хроматографии (ТСХ).

48. Перечислите варианты элюирования компонентов в ТСХ.
49. Какие Вы знаете способы идентификации веществ в ТСХ.
50. Какие приемы используют для количественного определения компонентов в тонкослойной хроматографии?
51. Как можно повысить эффективность разделения компонентов в планарной (тонкослойной хроматографии).
52. На чем основано разделение веществ в методе капиллярного электрофореза (КЭ).
53. Какие варианты капиллярного электрофореза Вы знаете? Чем определяется время миграции веществ в КЭ?
54. В чем причина возникновения электроосмотического потока (ЭОП)? Какие факторы влияют на его направление и величину?
55. Укажите направление движения ЭОП, катионов и анионов в немодифицированном кварцевом капилляре при приложении напряжения.
56. Как можно обратить ОЭП? Для чего используют этот прием в КЭ?
57. Укажите направление движения ЭОП, катионов, анионов в модифицированном капилляре при приложении напряжения. Нарисуйте общий вид электрофореграммы.

7.2.2. Типы расчетных задач для практических занятий

Качественный анализ

1. Расчет характеристик удерживания (мертвый удерживаемый объем, объемная скорость газа-носителя, линейная скорость газа-носителя, поправочные коэффициенты на перепад давления, приведенные характеристики удерживания, коэффициенты емкости, относительные характеристики удерживания, индексы удерживания, константы Роршнайдера и Мак-Рейнольдса).

2. Расчет характеристик колонки (число теоретических тарелок, число эффективных тарелок, высота, эквивалентная теоретической тарелке, высота, эквивалентная эффективной тарелке, зависимость эффективности от скорости потока подвижной фазы, приведенные высота и скорость потока подвижной фазы, критерий разделения, необходимое для разделения число тарелок, число разделения, толщина пленки в капиллярной колонке, проницаемость, максимально допустимое количество вводимой пробы, свободное сечение колонки, влияние внеколоночного пространства).

Количественный анализ

1. Свойства детектора (отклик детектора, чувствительность детектора, концентрация и массовая скорость потока сорбата в максимуме пика, пороговая чувствительность детектора, предел обнаружения, зависимость отклика от количества анализируемого вещества)

2. Рабочие методы количественного анализа (метод абсолютной калибровки, метод внутреннего стандарта, метод стандартной добавки, метод внутренней нормализации, метод двойного внутреннего стандарта)

Применение хроматографии для определения физико-химических величин

1. Константа распределения
2. Термодинамические величины (изменения энергии Гиббса, энтальпии, энтропии, смешанные вириальные коэффициенты)
3. Расчет температур кипения
4. Расчет изотерм сорбции
5. Определение поверхности адсорбента

7.2.3. Комплект отчетов по лабораторным работам

Лабораторная работа №1 «Определение содержания примесей в техническом циклогексане методом внутренней нормализации»

Форма отчета по лабораторной работе №1

В отчете должны быть заполнены следующие пункты:

Цель работы

Задачи работы

Аппаратура и объекты исследования

Условия работы хроматографа

Температура испарителя °C

Температура термостата колонок °C

Температура детектора °C

Газ-носитель

Скорость потока газа-носителя см³× мин⁻¹

Ток моста мА

Скорость движения диаграммной ленты самописца мм× ч⁻¹

Объем вводимой пробы

Выполнение работы

Кратко описывается ход работы и выполняемые операции

Выводы

Контрольные вопросы:

1. В чем состоит сущность метода внутренней нормализации?
2. Каковы ограничения применения метода нормализации площадей?
3. В чем состоит отличие потокового детектора от концентрационного, интегрального от дифференциального? Привести примеры.
4. От чего зависит чувствительность катарометра?
5. Какие газы предпочтительно использовать при работе на хроматографе с катарометром? Почему?
6. Дать определение понятиям чувствительности детектора, селективности детектора, предела обнаружения, ЛДД.

Лабораторная работа №2 «Определение содержания массовой доли основного вещества в *n*-бутаноле методом внутреннего стандарта»

Форма отчета по лабораторной работе №2

В отчете должны быть заполнены следующие пункты:

Цель работы

Задачи работы

Аппаратура и объекты исследования

Условия работы хроматографа

Температура испарителя °C

Температура термостата колонок °C

Температура детектора °C

Газ-носитель

Скорость потока газа-носителя см³× мин⁻¹

Ток моста мА

Скорость движения диаграммной ленты самописца мм× ч⁻¹

Объем вводимой пробы

Выполнение работы

Кратко описывается ход работы и выполняемые операции

Выводы

Контрольные вопросы:

1. В чем сущность метода внутреннего стандарта, его достоинства и недостатки перед методами внутренней нормализации и абсолютной градуировки?
2. Какие требования необходимо соблюдать при анализе по методу внутреннего стандарта?
3. Как выполняется градуировка хроматографа по методу внутреннего стандарта?
4. Описать принцип действия ДИП?
5. От чего зависит чувствительность ДИП?
6. Описать принцип действия ПФД.
7. Описать принцип действия ЭЗД.
8. Описать принцип действия ТИД.

Требования к оформлению:

1. Каждая работа должна быть оформлена на отдельных листах, должна содержать титульный лист с указанием названия темы лабораторной работы, номера группы, ФИО студента и ФИО проверяющего преподавателя.
2. Под формулами должна быть приведена расшифровка буквенных обозначений;
3. У численных значений физических величин должны быть указаны единицы измерений;
4. Полученные экспериментальные величины должны быть указаны с интервалом погрешности.
5. Выводы обязательны.

7.3. Оценочные средства для промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины

7.3.1. Вопросы к промежуточной аттестации

Семестр 5

№ п/п	Вопросы к зачету
1	История хроматографии. Современное определение хроматографического процесса. Принцип.
2	Классификации хроматографических процессов: по типу агрегатного состояния фаз, по способу перемещения сорбатов, по природе процесса разделения, по цели исследования.
3	Колоночная хроматография. Основные процессы, протекающие в колонке. Хроматограмма и что она дает.
4	Представления о теоретических тарелках. Уравнение Ван-Деемтера.
5	Зависимость Энделя и Халаша. Уравнение Дарси.
6	Основные характеристики хроматографического удерживания.
7	Аппаратура (система насосов, ввод пробы, хроматографическая колонка, детектор, преимущества интеграторов).
8	Газовая хроматография. Принцип. Аппаратура. Система подачи газа.
9	Колонки для газовой хроматографии, выбор колонки.
10	Ввод пробы в газовой хроматографии
11	Газохроматографические детекторы.
12	Источники размывания хроматографической зоны.
13	Комбинированные методы газовой хроматографии (масс-спектрометр, ГХ-ИК-Фурье, атомно-эмиссионный детектор, комбинация ЖХ-ГХ).
14	Газожидкостная хроматография (ГЖХ).
15	Основные типы неподвижных жидких фаз
16	Аналитические возможности метода ГЖХ
17	Газоадсорбционная хроматография (ГАХ)
18	Адсорбенты, применяемые в ГАХ
19	Аналитические возможности метода ГАХ
20	Жидкостная хроматография низкого и высокого давления
21	Схема жидкостного хроматографа высокого давления
22	Удерживание в жидкостной хроматографии. Разрешение. Селективность. Эффективность хроматографической колонки.
23	Асимметрия пика в жидкостной хроматографии. Связь разрешения с селективностью, эффективностью и фактором удерживания.
24	Механизмы разделения в жидкостной хроматографии. Нормально-фазовый и обращено-фазовый варианты хроматографии.
25	Влияние растворителя на удерживание в жидкостной хроматографии. Элюотропный ряд.
26	Зависимость удерживания от состава элюента. Уравнение Скотта.
27	Модели удерживания в ОФ ВЭЖХ
28	Модели удерживания в НФ ВЭЖХ.
29	Гидрофильная хроматография
30	Ионная хроматография.
31	Хроматография с переносом заряда.
32	Эксклюзионная хроматография.
33	Ион-парная и мицеллярная хроматография.

34	Тонкослойная хроматография (ТСХ) как вариант жидкостной хроматографии.
35	Адсорбционная и распределительная ТСХ.
36	Состав и структура сорбентов для ТСХ. Подготовка пластин.
37	Подготовка и нанесение проб в ТСХ. Проявление и обработка хроматограммы.
38	Сравнение ТСХ и ВЭЖХ, перспективы метода.
39	Сверхкритическая флюидная хроматография. Физические основы.
40	Оборудование, подвижные и стационарные фазы для сверхкритической флюидной хроматографии, детекторы.
41	Область применения СКФХ. Понятие о сверхкритической флюидной экстракции.
42	Капиллярный электрофорез. Физические основы и принцип разделения.
43	Оборудование, детектирование в капиллярном электрофорезе. Примеры использования.
44	Основные методы качественного анализа.
45	Основные методы количественного анализа.
46	Хромато-масс-спектрометрия

7.3.2. Критерии и нормы оценки

Семестр	Форма проведения промежуточной аттестации	Критерии и нормы оценки	
5	Зачет (устно)	«зачтено»	Необходимо ответить не менее, чем на 7 вопросов из 10, заданных преподавателем.
		«не зачтено»	Студент отвечает менее, чем на 7 вопросов из 10, заданных преподавателем.

8. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

8.1. Обязательная литература

№ п/п	Авторы, составители	Заглавие (заголовок)	Тип (учебник, учебное пособие, учебно-методическое пособие, практикум, др.)	Год издания	Количество в научной библиотеке / Наименование ЭБС
1	Ярышев Н.Г. [и др.]	Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе [Электронный ресурс] : учеб. пособие / Н. Г. Ярышев [и др.]. - Изд. 2-е, перераб. и доп. - Москва : Прометей, 2015. - 196 с. - ISBN 978-5-9906134-6-1.	Учебное пособие	2015	ЭБС «IPRbooks»
2	Каратаева Е.С.	Теоретические основы газовой хроматографии [Электронный ресурс] : монография / Е. С. Каратаева. - Казань : КНИТУ, 2015. - 268 с. - ISBN 978-5-7882-1856-4.	Монография	2015	ЭБС «IPRbooks»
3	Ганеев А.А.	Аналитическая химия [Электронный ресурс] : методы разделения веществ и гибридные методы анализа: учебник / А. А. Ганеев [и др.]. - Санкт-Петербург : Лань, 2019. - 332 с. : ил. - (Учебники для вузов. Специальная литература). - ISBN 978-5-8114-3394-0.	Учебник	2019	ЭБС «Лань»

8.2. Дополнительная литература

№ п/п	Авторы, составители	Заглавие (заголовок)	Тип (учебник, учебное пособие, учебно-методическое пособие, практикум, др.)	Год издания	Количество в научной библиотеке / Наименование ЭБС
1	Александрова Т. П., Апарнев А.И., Казакова А.А.	Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учеб. пособие / Новосибирск : НГТУ, 2014. - 90 с. : ил. - ISBN 978-5-7782-2394	Учебное пособие	2014	ЭБС «IPRbooks»
2	Конюхов В. Ю.	Хроматография [Электронный ресурс]: учебник / Санкт-Петербург: Лань, 2012. - 222 с. : ил. ISBN 978-5-8114-1333-1.	Учебник	2012	ЭБС «Лань»
3	Сычев С.Н., Гаврилина В.А.	Высокоэффективная жидкостная хроматография [Электронный ресурс] : аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем : учеб. пособие / Санкт-Петербург : Лань, 2013. - 255 с. ISBN 978-5-8114-1377-5.	Учебное пособие	2013	ЭБС «Лань»
4	Хенке Х.	Жидкостная хроматография [Электронный ресурс] : учебное пособие Москва : Техносфера, 2009. - 263 с. : ил. - (Мир химии). - ISBN 978-5-94836-198-7.	Учебное пособие	2009	ЭБС «IPRbooks»
5	Бёккер Ю.	Хроматография [Электронный ресурс]: Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза : монография / Москва : Техносфера, 2009. - 468 с. : ил. - (Мир химии). - ISBN 978-5-94836-212-0.	Монография	2009	ЭБС «IPRbooks»
6	Жебентяев А.И.	Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа	Учебное пособие	2013	ЭБС «ZNANIUM.CO

№ п/п	Авторы, составители	Заглавие (заголовок)	Тип (учебник, учебное пособие, учебно- методическое пособие, практикум, др.)	Год издания	Количество в научной библиотеке / Наименование ЭБС
		[Электронный ресурс] : учеб. пособие / Минск : Новое знание, 2013 ; Москва : ИНФРА-М, 2013. - 206 с. : ил. - (Высшее образование). - ISBN 978-5-16-006615-8.			М»
7	Другов Ю.С.	Экологические анализы при разливах нефти и нефтепродуктов [Текст] : практическое руководство / Ю. С. Другов, А. А. Родин. - 2-е изд., перераб. и доп. - Москва : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2019. - 270 с. : ил. - (Методы в химии). - Библиогр. в конце гл. - ISBN 978-5-94774-503-0 : 336-00.	Практическое руководство	2019	3 экз.

8.3. Перечень профессиональных баз данных и информационных справочных систем

- Теория и практика хроматографии. Сайт хроматографистов. – Режим доступа: <http://www.chromatogramma.ru/>
- Литература (электронные версии книг) доступны на сайте Хроматография. – Режим доступа: <http://chromatography.narod.ru/book>
- Сорбционные и хроматографические процессы.- Электрон. версия журн. – Режим доступа к журналу: <http://www.chem.vsu.ru/sorbcr/archive.htm>
- Электронные версии статей в журнале Journal of Chromatography A. – Режим доступа к журналу <http://www.sciencedirect.com/science/journal/00219673/>
- **Масс-спектрометрия.** Журнал публикует научные статьи, обзоры, учебные и справочные материалы по всем разделам теории и практики масс-спектрометрии. Входит в Перечень ВАК и систему РИНЦ. Доступен полнотекстовый архив с 2004 по 2006 год: <http://www.vmsu.ru/ru/info/magazinold/>
- **Oriental Journal Of Chemistry.** Научный рецензируемый журнал открытого доступа. Страна: Индия. Язык: английский. Публикует результаты научных исследований в области общей химии, биохимии, спектроскопии, химии окружающей среды. Доступен полнотекстовый архив с 2008 года: <http://www.orientjchem.org/Archive.php>

8.4. Перечень программного обеспечения

№ п/п	Наименование ПО	Реквизиты договора (дата, номер, срок действия)
1	Windows	Договор № 690 от 19.05.2015г., срок действия - бессрочно
2	Office Standart	Договор № 690 от 19.05.2015г., срок действия - бессрочно; Договор № 727 от 20.07.2016г., срок действия - бессрочно

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

№ п/п	Наименование оборудованных учебных кабинетов, лабораторий, мастерских и др. объектов для проведения практических и лабораторных занятий, помещений для самостоятельной работы обучающихся (номер аудитории)	Перечень основного оборудования
1	Лекционная аудитория А-125	Стол ученический двухместный (моноблок) - 22 шт., стол преподавательский - 2 шт., стул преподавательский - 2 шт, доска аудиторная (меловая) - 1 шт.

№ п/п	Наименование оборудованных учебных кабинетов, лабораторий, мастерских и др. объектов для проведения практических и лабораторных занятий, помещений для самостоятельной работы обучающихся (номер аудитории)	Перечень основного оборудования
2	Лаборатория «Хроматография» А-209	Стол приборный - 7 шт., стол лабораторный - 1 шт., стол лабораторный с полкой - 2 шт., стол письменный - 1 шт., хроматограф Цвет4-67 - 1 шт., хроматограф цвет 134 - 1 шт., хроматограф Агат31 - 1 шт., хроматограф цвет100 - 1 шт., хроматограф Кристалл2000 - 1 шт., термостат VT8 - 1 шт., генератор водорода - 1 шт., спектрофотометр КФК-3 - 1 шт., шейкер лабораторный Лабшейк 3585 - 1 шт., шкаф вытяжной 1500ШВ -1 шт., шкаф для хим.реактивов - 1 шт.,стол с мойкой - 1 шт., весы электронные аналитические vibra - 1 шт., стол виброустойчивый - 1 шт., баллон с азотом - 1 шт., баллон с гелием - 1 шт., табурет лабораторный - 6 шт., химическая посуда.
3	Помещение для самостоятельной работы студентов Г-401	Стол ученический-26 шт., стул-26 шт., компьютер с выходом в сеть интернет-16 шт.