

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

ФТД.В.02

(индекс дисциплины)

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Хроматографические методы анализа

(наименование дисциплины)

по направлению подготовки (специальности)

04.03.01 Химия

(код и наименование направления подготовки, специальности в соответствии с ФГОС ВПО/ ФГОС ВО)

Медицинская и фармацевтическая химия

(направленность (профиль/специализация))

Форма обучения: очная

Год набора: 2017

Распределение часов дисциплины по семестрам и видам занятий (по учебному плану)

| | | | | | | | | | | | | |
|----------------------------|--------------|---|---|--------|---|---|------------------|-----|-----------------|----|----------------------------------------------------|-------|
| Количество ЗЕТ | 3 | | | | | | | | | | | |
| Часов по РУП | 108 | | | | | | | | | | | |
| Виды контроля в семестрах: | Экзамены | | | Зачеты | | | Курсовые проекты | | Курсовые работы | | Контрольные работы (для заочной формы обучения) | |
| | | | | 8 | | | | | | | | |
| | №№ семестров | | | | | | | | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | Итого |
| ЗЕТ по семестрам | | | | | | | | 3 | | | | 3 |
| Лекции | | | | | | | | 18 | | | | 18 |
| Лабораторные | | | | | | | | | | | | |
| Практические | | | | | | | | | | | | |
| Контактная работа | | | | | | | | 18 | | | | 18 |
| Сам. работа | | | | | | | | 90 | | | | 90 |
| Контроль | | | | | | | | | | | | |
| Итого | | | | | | | | 108 | | | | 108 |

Тольятти, 2017

Рабочая программа составлена на основании ФГОС ВПО/ФГОС ВО и учебного плана направления подготовки (специальности) 04.03.01 «Химия»
(код и наименование направления подготовки, специальности в соответствии с ФГОСВПО/ФГОС ВО)

Рецензирование рабочей программы дисциплины:

- ☒ Отсутствует
- ☒ Учебная (рабочая) программа одобрена на заседании кафедры «Химия, химические процессы и технологии» (протокол заседания № 7 от 02 февраля 2017 г.).
- ☐ Рецензент

(должность, ученое звание, степень)

«__» _____ 20__ г.

(подпись)

(И.О. Фамилия)

Срок действия рабочей программы дисциплины до 02 февраля 2021 г.

Информация об актуализации рабочей программы дисциплины:

Протокол заседания кафедры № ____ от «__» _____ 20__ г.

Протокол заседания кафедры № ____ от «__» _____ 20__ г.

Протокол заседания кафедры № ____ от «__» _____ 20__ г.

Протокол заседания кафедры № ____ от «__» _____ 20__ г.

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой «Химия, химические процессы и технологии»
(разработавшей РПД)

«__» _____ 20__ г.

(подпись)

Г.И. Остапенко
(И.О. Фамилия)

АННОТАЦИЯ
дисциплины (учебного курса)
ФТД.В.02 Хроматографические методы анализа
(индекс и наименование дисциплины (учебного курса))

1. Цель и задачи изучения дисциплины (учебного курса)

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

Задачи:

1. Сформировать теоретический фундамент современных хроматографических методов анализа.
2. Познакомить студента с основными хроматографическими методами анализа, фактическим материалом по анализу химических и биохимических объектов.
3. Познакомить студента с алгоритмом вычислений и расчетов, используемых в практике хроматографических измерений.
4. Сформировать умения и навыки экспериментальной работы, самостоятельной работы с научно-технической литературой.
5. Развить способности к творчеству, в том числе к научно-исследовательской работе, и выработать потребность к самостоятельному приобретению знаний.

2. Место дисциплины (учебного курса) в структуре ОПОП ВО

Данная дисциплина (учебный курс) относится блоку ФТД «Факультативы» (вариативная часть).

Дисциплины, учебные курсы, на освоении которых базируется данная дисциплина (учебный курс) – «Общая и неорганическая химия», «Органическая химия», «Физическая химия».

Дисциплины, учебные курсы, для которых необходимы знания, умения, навыки, приобретаемые в результате изучения данной дисциплины (учебного курса) – «Теоретические основы органической химии», «Подготовка к процедуре защиты и процедура защиты ВКР».

3. Планируемые результаты обучения по дисциплине (учебному курсу), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы

| Формируемые и контролируемые компетенции | Планируемые результаты обучения |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| способность выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам (ПК-1); | Знать: – теоретические основы хроматографии, основные методы качественного и количественного хроматографического анализа; |
| | Уметь: – реализовывать методики хроматографического определения веществ, определять основные характеристики хроматографического процесса из хроматограммы; интерпретировать экспериментальные результаты |
| | Владеть: – методиками поиска подходящего варианта разделения веществ; способами оценки погрешности физико-химического эксперимента |
| владение базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований (ПК-2); | Знать: – аппаратное оформление хроматографического процесса |
| | Уметь: – подбирать оптимальные условия проведения хроматографического разделения |
| | Владеть: – навыками работы на современном хроматографическом оборудовании. |
| способность получать и обрабатывать результаты научных экспериментов с помощью современных компьютерных технологий (ПК-5) | Знать: – алгоритм работы на современном хроматографическом оборудовании с программным обеспечением |
| | Уметь: – проводить вычисления с использованием основных величин, описывающих хроматографическое разделение |
| | Владеть: – навыками работы в современных хроматографических программах |

| Раздел, модуль | Подраздел, тема |
|----------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Модуль 1. Газохроматографический анализ | 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. |
| Модуль 2. Методы жидкостной хроматографии | 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). |
| Модуль 3. Гибридные методы хроматографии | Сверхкритическая флюидная хроматография. Капиллярный электрофорез. Хроматография с масс-спектрометрией, АЭ-спектрометрией, другие гибридные методы хроматографии. |

Общая трудоемкость дисциплины (учебного курса) – 3 ЗЕТ.

4. Структура и содержание дисциплины (учебного курса) Хроматографические методы анализа (наименование дисциплины (учебного курса))

Семестр изучения 8

| Раздел, модуль | Подраздел, тема | Виды учебной работы | | | | | | Необходимые материально- технические ресурсы | Формы текущего контроля | Реко- мендуе- мая ли- тература (№) | |
|----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|--------------|--------------|-----------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|-------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| | | Контактная работа | | | | | Самостоятельная работа | | | | |
| | | всего | | | в т.ч. в интерак- тивной форме | Формы проведения лекций, лабораторных, практических занятий, методы обучения, реа- лизующие применяе- мую образовательную технологию | в часах | | | | формы организации самостоятельной работы |
| | | лекций | лабораторных | практических | | | | | | | |
| Модуль 1. Газо- хроматографи- ческий анализ | Основные понятия. Терминоло- гия. Классификация методов ГХ. Основные узлы газохроматогра- фической аппаратуры. Детекторы | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала. | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, де- монстрационные материалы | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| | Основные параметры хромато- графического пика. Теория ВЭТТ. Причины уширения пика. Кривая Ван-Деемтера. Определе- ние оптимальных условия газо- хроматографического удержа- ния. | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала. | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| | Виды неподвижных фаз. Класси- фикация сорбентов и сорбатов. Механизмы удерживания в газо- вой хроматографии | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, де- монстрационные материалы | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| | Методы качественного и количе- ственного анализа. | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, де- монстрационные материалы | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| Модуль 2. Ме- тоды жидкост- ной хромато- графии | Основные термины и понятия. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Детекторы. Ва- рианты жидкостной хроматогра- фии | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, де- монстрационные материалы | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| | Виды неподвижных фаз для ЖХ. Растворители для ВЭЖХ. Поляр- | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала | Проектор, ноут- бук, кодоскоп. | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |

| | | | | | | | | | | | |
|--------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|--|--|--|--------------------------------------------|----|------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|-----|
| | ность растворителя, элюотроп- ный ряд. Механизмы удержива- ния. Ионная хроматография. Ион- парный вариант ВЭЖХ | | | | | | | кодограммы, де- монстрационные материалы | | | |
| | Мицеллярная и эксклюзионная хроматография. Гидрофильная хроматография. Хроматография с переносом заряда Тонкослойная хроматография (ТСХ). | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, де- монстрационные материалы, | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| Модуль 3. Ги- бридные методы хроматографии | Сверхкритическая флюидная хроматография Капиллярный электрофорез | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, де- монстрационные материалы | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| | Хроматография с масс- спектроскопией, АЭ- спектроскопией, другие гибрид- ные методы хроматографии | 2 | | | | Традиционная лекция с элементами беседы | 10 | Освоение теорети- ческого материала | Проектор, ноут- бук, кодоскоп, кодограммы, де- монстрационные материалы | Опрос, бесе- да, полемика | 1-2 |
| Итого: 108 | | 18 | | | | | 90 | | | | |
| | | 108 | | | | | | | | | |

5. Критерии и нормы текущего контроля и промежуточной аттестации

| Формы текущего контроля | Условия допуска | Критерии и нормы оценки |
|-------------------------|-----------------------------------|-------------------------|
| Допуск к зачету | К зачету допускаются все студенты | - |

| Форма проведения промежуточной аттестации | Условия допуска | Критерии и нормы оценки | |
|-------------------------------------------|--------------------------|-------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Зачет (устно) | Допускаются все студенты | «зачтено» | зачет сдается устно, оценка «зачтено» выставляется студенту, если вопросы раскрыты, изложены логично, без существенных ошибок, показано умение иллюстрировать теоретические положения конкретными примерами, продемонстрировано усвоение изученных вопросов, сформированность компетенций, устойчивость используемых умений и навыков. Допускаются незначительные ошибки. |
| | | «не зачтено» | оценка «не зачтено» выставляется, если не раскрыто основное содержание учебного материала; обнаружено незнание или непонимание большей или наиболее важной части учебного материала; допущены ошибки в определении понятий, которые не исправлены после нескольких наводящих вопросов; не сформированы компетенции, умения и навыки |

6. Критерии и нормы оценки курсовых работ (проектов)

Данный раздел по учебному плану не предусмотрен.

7. Примерная тематика письменных работ (курсовых, рефератов, контрольных, расчетно-графических и др.)

Данный раздел по учебному плану не предусмотрен.

8. Вопросы к зачету

| № п/п | Вопросы |
|-------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 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 размыывания 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. |

9. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине

9.1. Паспорт фонда оценочных средств

| № п/п | Контролируемые разделы (темы) дисциплины | Код контролируемой компетенции (или ее части) | Наименование оценочного средства |
|--------------|-------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| 1 | Модуль 1. Газохроматографический анализ | ПК- 1, ПК-2, ПК-5 | Опрос по теме модуля |
| 2 | Модуль 2. Методы жидкостной хроматографии | ПК- 1, ПК-2, ПК-5 | Опрос по теме модуля |
| 3 | Модуль 3. Гибридные методы хроматографии | ПК- 1, ПК-2, ПК-5 | Опрос по теме модуля |

9.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы

9.2.1 Примерный перечень вопросов для сдачи отчетов и составления тестов:

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 капилляр-

ных 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 популярные 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.

10. Образовательные технологии и методические указания по освоению дисциплины (учебного курса)

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

- технология традиционного обучения (лекции), которая предполагает последовательное изложение материала преподавателем. Лекция с элементами дискуссии, лекции-беседы.
- 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.

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.

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).

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.

11. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (учебного курса)

11.1. Обязательная литература

| № п/п | Библиографическое описание | Тип (учебник, учебное пособие, учебно-методическое пособие, практикум, др.) | Количество в библиотеке |
|-------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| 1 | 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 | ЭБС "IPRbooks" |
| 2 | Александрова Т. П. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учеб. пособие / Т. П. Александрова, А. И. Апарнев, А. А. Казакова. - Новосибирск : НГТУ, 2014. - 90 с. : ил. - ISBN 978-5-7782-2394-3. | Учебное пособие | ЭБС "IPRbooks" |

11.2. Дополнительная литература и учебные материалы (аудио-, видеопособия и др.)

- фонд научной библиотеки ТГУ:

| № п/п | Библиографическое описание | Тип (учебник, учебное пособие, учебно-методическое пособие, практикум, аудио-, видеопособия и др.) | Количество в библиотеке |
|-------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| 1 | Конюхов В. Ю. Хроматография [Электронный ресурс] : учебник / В. Ю. Конюхов. - Санкт-Петербург : Лань, 2012. - 222 с. : ил. - (Учебники для вузов. Специальная литература). - ISBN 978-5-8114-1333-1. | Учебник | ЭБС «Лань» |
| 2 | Сычев С. Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография [Электронный ресурс] : аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем : учеб. пособие / С. Н. Сычев, В. А. Гаврилина. - Санкт-Петербург : Лань, 2013. - 255 с. : ил. - (Учебники для вузов. Специальная литература). - ISBN 978-5-8114-1377-5. | Учебное пособие | ЭБС «Лань» |
| 3 | Хенке Х. | Учебное пособие | ЭБС |

| № п/п | Библиографическое описание | Тип (учебник, учебное пособие, учебно- методическое по- собие, практикум, аудио-, видеопосо- бия и др.) | Количество в библиотеке |
|----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|
| | Жидкостная хроматография [Электронный ресурс] : учебное пособие / Х. Хенке ; пер. с нем. Н. Е. Киреевой ; под ред. А. А. Демина. - Москва : Техносфера, 2009. - 263 с. : ил. - (Мир химии). - ISBN 978-5-94836-198-7. | | "IPRbooks" |
| 4 | Бёккер Ю. Хроматография [Электронный ресурс] : Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза : монография / Ю. Бёккер ; пер. с нем. В. С. Куровой ; под ред. А. А. Кургановой. - Москва : Техносфера, 2009. - 468 с. : ил. - (Мир химии). - ISBN 978-5-94836-212-0. | Монография | ЭБС "IPRbooks" |
| 5 | 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 | ЭБС "IPRbooks" |
| 6 | Жебентяев А. И. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс] : учеб. пособие / А. И. Жебентяев. - 2-е изд., стер. - Минск : Новое знание, 2013 ; Москва : ИНФРА-М, 2013. - 206 с. : ил. - (Высшее образование). - ISBN 978-5-16-006615-8. | Учебное пособие | ЭБС "ZNANIUM.COM" |

СОГЛАСОВАНО

Директор научной библиотеки

(подпись)

А.М. Асаева
(И.О. Фамилия)

«__» _____ 20__ г.

МП

12.3. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети "Интернет"

- 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.vmso.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>

11.4. Перечень программного обеспечения

| № п/п | Наименование ПО | Количество лицензий | Реквизиты договора (дата, номер, срок действия) |
|-------|-----------------|---------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 | Windows | 1398 | Договор № 690 от 19.05.2015г., срок действия - бессрочно |
| 2 | Office Standard | 1398 | Договор № 690 от 19.05.2015г., срок действия - бессрочно; Договор № 727 от 20.07.2016г., срок действия - бессрочно |

11.5. Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

| № п/п | Наименование оборудованных учебных кабинетов, лабораторий, мастерских и др. объектов для проведения практических и лабораторных занятий | Перечень основного оборудования | Фактический адрес учебных кабинетов, лабораторий, мастерских и др. | Площадь, м ² | Количество посадочных мест |
|-------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------|
| 1 | Учебная аудитория для проведения занятий лекционного ти- | Столы ученические двухместные (моно-блоки), стол препода- | 445020, Самарская область, г. Тольятти, ул. Бе- | 62,30 | 44 |

| № п/п | Наименование оборудо- ванных учебных каби- нетов, лабораторий, ма- стерских и др. объектов для проведения практи- ческих и лабораторных занятий | Перечень основного обо- рудования | Фактический адрес учебных кабинетов, лабораторий, ма- стерских и др. | Площадь, м ² | Количество посадочных мест |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------------|
| | па. Учебная аудито- рия для проведения занятий семинарского типа. Учебная ауди- тория для курсового проектирования (вы- полнения курсовых работ). Учебная ауди- тория для проведения групповых и индиви- дуальных консульта- ций. Учебная аудито- рия для проведения занятий текущего контроля и промежу- точной аттестации. | вательский, стул пре- подавательский, доска аудиторная (меловая). | лорусская 16Б, позиция по ТП №19, 2 этаж (А- 215) | | |
| 2 | Компьютерный класс. Помещение для само- стоятельной работы. Учебная аудитория для проведения заня- тий семинарского ти- па. Учебная аудито- рия для курсового проектирования (вы- полнения курсовых работ). Учебная ауди- тория для проведения групповых и индиви- дуальных консульта- ций. Учебная аудито- рия для проведения занятий текущего контроля и промежу- точной аттестации. | Столы ученические, стулья ученические, ПК с выходом в сеть Интернет | 445020 Самарская обл. г. Тольятти, ул. Белорусская, 14, позиция по ТП № 48, 4 этаж (Г- 401) | 84,8 | 16 |