

Минобрнауки России

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«Оренбургский государственный университет»

Кафедра химии

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА

ДИСЦИПЛИНЫ

«Б.1.В.ОД.3 Хроматографические методы анализа»

Уровень высшего образования

БАКАЛАВРИАТ

Направление подготовки

04.03.01 Химия

(код и наименование направления подготовки)

Нефтехимия

(наименование направленности (профиля) образовательной программы)

Тип образовательной программы

Программа академического бакалавриата

Квалификация

Бакалавр

Форма обучения

Очная

Год набора 2016

Рабочая программа рассмотрена и утверждена на заседании кафедры

Кафедра химии

наименование кафедры

протокол № 5 от «13» января 2016 г.

Заведующий кафедрой

Кафедра химии

наименование кафедры

подпись

Е.В. Сальникова

расшифровка подписи

Исполнители:

Заведующий кафедрой

должность

подпись

Е.В. Сальникова

расшифровка подписи

Старший преподаватель

должность

подпись

Е.А. Осипова

расшифровка подписи

СОГЛАСОВАНО:

Председатель методической комиссии по направлению подготовки

04.03.01 Химия

код наименование

личная подпись

Е.В. Сальникова

расшифровка подписи

Заведующий отделом комплектования научной библиотеки

личная подпись

расшифровка подписи

Н.Н. Грицай

Уполномоченный по качеству факультета

химико-биологического

личная подпись

расшифровка подписи

Е.С. Барышева

№ регистрации 41653

© Сальникова Е.В.,
Осипова Е.А., 2016
© ОГУ, 2016

1 Цели и задачи освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является формирование представлений об основах хроматографических методов анализа, приобретение представлений о возможностях и областях применения, развитие практических навыков анализа и обработки результатов измерения.

Задачи:

1) теоретический компонент:

- посредством слушания, конспектирования и реферирования изучить и овладеть теоретическими основами хроматографического анализа;
- знать принципы и области использования основных методов хроматографии.
- знать устройство и принцип действия хроматографической аппаратуры.

2) познавательный компонент:

- понимать роль хроматографического анализа;
- иметь представление об особенностях объектов анализа.

3) практический компонент:

- владеть методами проведения хроматографического анализа;
- владеть навыками идентификации и количественного расчета хроматограмм.

2 Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к обязательным дисциплинам вариативной части блока 1 «Дисциплины»

Пререквизиты дисциплины: *Б.1.Б.12 Неорганическая химия, Б.1.Б.13 Аналитическая химия*

Постреквизиты дисциплины: *Б.2.В.П.3 Преддипломная практика*

3 Требования к результатам обучения по дисциплине

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование следующих результатов обучения

Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций	Формируемые компетенции
Знать: – основные нормы техники безопасности при работе в лабораторных условиях; – способы защиты персонала от возможных последствий химических аварий в лабораторных условиях. Уметь: – оценивать последствия воздействия на человека вредных, опасных и поражающих факторов. Владеть: – навыками работы с химическими реактивами и физическими установками с соблюдением норм техники безопасности (ТБ) и требований охраны труда (ОТ) в лабораторных условиях.	ОПК-6 знанием норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях
Знать: – основные закономерности и механизмы процессов лежащих в основе стандартных методик. Уметь: – выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам; – применять стандартные операции по предлагаемым методикам к конкретным объектам. Владеть: – навыками работы по предлагаемым методикам.	ПК-1 способностью выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам
Знать:	ПК-3 владением системой

Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций	Формируемые компетенции
<p>– основные фундаментальные законы и теории химии.</p> <p>Уметь:</p> <p>– использовать основные фундаментальные законы и теории химии для проведения научных исследований</p> <p>– интерпретировать полученные результаты и формулировать выводы по ним.</p> <p>Владеть:</p> <p>– системой фундаментальных химических понятий.</p>	фундаментальных химических понятий
<p>Знать:</p> <p>– современные методы теоретического и экспериментального исследования;</p> <p>– стандартные законы и методы естественнонаучных дисциплин часто используемые для обработки результатов эксперимента в области профессиональной деятельности;</p> <p>– источники научной информации по теме исследования.</p> <p>Уметь:</p> <p>– использовать и понимать знания прикладных и фундаментальных разделов специальных дисциплин химии для научно-исследовательской деятельности;</p> <p>– ориентироваться на прикладной (практико-ориентированный) вид профессиональной деятельности;</p> <p>– анализировать специальную научную литературу с целью составления плана исследования и выбора метода исследования.</p> <p>Владеть:</p> <p>– теорией и практикой современных методов исследования базируясь на законах и закономерностях развития химической науки.</p>	ПК-4 способностью применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов
<p>Знать:</p> <p>– стандартные методы обработки и представления результатов эксперимента.</p> <p>Уметь:</p> <p>– составлять протоколы исследований и обрабатывать результаты эксперимента;</p> <p>– составлять отчеты (разделы отчетов) по теме или по результатам проведенных экспериментов;</p> <p>Владеть:</p> <p>– навыками представления полученных результатов в виде кратких отчетов и презентаций;</p> <p>– навыками по подготовке информационных обзоров, рецензий, отзывов и заключений на научно-техническую документацию и отчеты по теме или результатам исследований.</p>	ПК-6 владением навыками представления полученных результатов в виде кратких отчетов и презентаций

4 Структура и содержание дисциплины

4.1 Структура дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 зачетных единиц (180 академических часов).

Вид работы	Трудоемкость, академических часов	
	4 семестр	всего
Общая трудоёмкость	180	180
Контактная работа:	84,25	84,25
Лекции (Л)	34	34

Вид работы	Трудоемкость, академических часов	
	4 семестр	всего
Лабораторные работы (ЛР)	50	50
Промежуточная аттестация (зачет, экзамен)	0,25	0,25
Самостоятельная работа: - самоподготовка (повторение лекционного материала и материала учебников и учебных пособий); - подготовка к лабораторным занятиям; - подготовка к коллоквиумам.	95,75	95,75
Вид итогового контроля (зачет, экзамен, дифференцированный зачет)	зачет	

Разделы дисциплины, изучаемые в 4 семестре

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		всего	аудиторная работа			внеауд. работа
			Л	ПЗ	ЛР	
1	Общие сведения о хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса	18	4		4	10
2	Теории хроматографических процессов Хроматографическое разделение	18	2		4	12
3	Тонкослойная хроматография	22	4		8	10
4	Газовая хроматография	32	8		12	12
5	Жидкостная хроматография	30	6		10	14
6	Качественный и количественный анализ в хроматографии	14	4		-	10
7	Сверхкритическая флюидная хроматография	28	2		12	14
8	Хроматомасс-спектрометрия	18	4			14
	Итого:	180	34		50	96
	Всего:	180	34		50	96

4.2 Содержание разделов дисциплины

Раздел № 1 Общие сведения о хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса.

Современное состояние метода и области применения, значение и место среди других аналитических методов. Классификация хроматографических методов по агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат-сорбент, в соответствии с принципом разделения, технике выполнения, цели хроматографирования.

Основные понятия хроматографии. Коэффициент распределения. Удерживаемый объем и время удерживания. Фактор удерживания (коэффициент емкости). Коэффициент удерживания, его физический смысл. Фактор разделения (селективность). Коэффициент разделения. Разрешение.

Раздел № 2 Теории хроматографических процессов. Хроматографическое разделение.

Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с коэффициентом распределения и изотермой сорбции. Зависимость формы хроматографического пика от вида изотермы сорбции. Теории равновесной и неравновесной хроматографии. Размывание хроматографической зоны и его физические причины. Основы концепции теоретических тарелок. Связь с противоточным распределением. Число теоретических тарелок и эффективность колонки. Понятие о ВЭТТ. Недостатки концепции теоретических тарелок. Кинетическая теория хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередаче в подвижной и неподвижной фазах). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Выбор параметров хроматографического разделения.

Раздел № 3 Тонкослойная хроматография.

Теоретические основы метода. Величина R_f и ее связь с коэффициентом распределения. Методы определения этой величины. Факторы, на нее влияющие. Подложки и сорбенты для тонкослойной хроматографии. Растворители для ТСХ. Методы получения хроматограмм: восходящая, нисходящая, одномерная, двумерная и круговая. Методы качественного и количественного анализа в ТСХ. Высокоэффективная ТСХ. Области применения.

Раздел № 4 Ионообменная хроматография. Принцип метода. Основные понятия (ионообменник, катиониты, аниониты, амфолиты). Теоретические основы метода. Техника выполнения эксперимента. Область применения.

Раздел № 5 Газовая хроматография.

Принцип метода. Теоретические основы метода. Определяемые вещества. Основные аналитические характеристики. Аппаратура для газовой хроматографии Принципиальная схема газового хроматографа. Хроматографические колонки, термостаты, дозаторы.

Классификация детекторов и их важнейшие характеристики. Принцип действия, устройство и характеристики катарометра. Ионизационные детекторы термоионный детектор. Детектор электронного захвата, пламенно-фотометрический детектор, фотоионизационный детектор. Газ-носитель в газовой хроматографии и требования к нему. Выбор детекторов в зависимости от природы детектируемых веществ и газа-носителя.

Газо-жидкостная хроматография. Особенности метода. Механизм распределения в ГЖХ. Область применения ГЖХ. Твердые носители, требования к ним. Основные типы носителей, модифицирование носителей. Неподвижные жидкие фазы для газо-жидкостной хроматографии, требования к ним. Классификация НЖФ. Селективность неподвижных жидких фаз. Выбор НЖФ.

Газо-адсорбционная хроматография Сущность и особенности физико-химических процессов в газо-адсорбционной хроматографии. Адсорбенты, требования к ним. Основные типы адсорбентов. Области применения газо-адсорбционной хроматографии.

Высокоэффективная капиллярная хроматография Особенности и преимущества метода. Уравнение Голя. Аппаратура для капиллярной хроматографии (устройства для ввода пробы, колонки, детекторы). Ввод пробы с делением и без деления потока.

Раздел № 6 Жидкостная хроматография.

Высокоэффективная жидкостная хроматография. Жидкостная хроматография. Общая характеристика метода. Классический вариант жидкостной колоночной хроматографии. Препаративная жидкостная хроматография. Принципиальные особенности жидкостной хроматографии по сравнению с газовой. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Принцип метода. Определяемые вещества. Аналитические характеристики современной ВЭЖХ. Основные типы сорбентов для ВЭЖХ.

Аппаратура для ВЭЖХ Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Системы ввода элюента и анализируемой пробы. Насосы. Колонки для ВЭЖХ. Предколонки. Детекторы для ВЭЖХ. УФ-детекторы. Преимущества УФ-детекторов с фотодиодной матрицей. ИК-детекторы. Флуориметрические детекторы. Рефрактометрические детекторы. Электрохимические детекторы. Кондуктометрический детектор.

Адсорбционная хроматография. Основные представления о механизме жидкостной адсорбционной хроматографии Нормально-фазовая и обращенно-фазовая ЖАХ. Адсорбенты (полярные и неполярные). Модифицированные сорбенты для ВЭЖХ на основе силикагеля, синтез и свойства. Параметры, влияющие на эффективность и селективность в ЖАХ. Подвижная фаза (элюент) и требования к ней. Элюирующая сила подвижной фазы, элюотропные ряды. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения в ЖАХ. Классификация растворителей по Снайдеру. Градиентное элюирование.

Нормально-фазовая хроматография на модифицированных силикагелях. Механизм удерживания. Влияние структуры сорбатов на их удерживание. Обращенно-фазовая хроматография на модифицированных сорбентах. Область применения обращенно-фазовой ВЭЖХ. Механизм удерживания. Ионообменная хроматография. Сущность метода. Основные представления о механизме ионного обмена. Фактор разделения. Неорганические и органические ионообменники. Физико-химические свойства ионообменников. Параметры, влияющие на селективность в ионообменной хроматографии. Градиентное элюирование. Применение ионообменной хроматографии в анализе. Ионная хроматография.

Раздел № 7 Качественный и количественный анализ в хроматографии.

Типовые задачи качественного анализа. Идентификация веществ на основе параметров удерживания. Источники погрешностей при измерении параметров удерживания. Индексы удерживания Ковача. Двумерная хроматография. Хроматограмма как источник сведений о количественном составе анализируемой смеси. Выбор и измерение основных параметров хроматографических пиков. Основные методы количественного анализа: метод абсолютной градуировки, метод внутренней нормализации, метод внутреннего стандарта.

Раздел № 8 Сверхкритическая флюидная хроматография.

Сущность метода. Сверхкритические флюиды, их основные свойства (плотность, вязкость, коэффициент диффузии). Колонки для сверхкритической флюидной хроматографии. Области применения.

Раздел № 9 Хроматомасс-спектрометрия.

Системы газовый хроматограф – масс-спектрометр. Системы жидкостной хроматограф – масс-спектрометр. Масс-хроматография и масс-фрагментография.

4.3 Лабораторные работы

№ ЛР	№ раздела	Наименование лабораторных работ	Кол-во часов
1	1, 2	Техника безопасности. Знакомство с хроматографическим оборудованием. Разделение ионов железа (III), кобальта (II) и никеля (II). Осадочная хроматография	4
2	3	Определение моно- и дисахаридов методом тонкослойной хроматографии. Количественное определение глюкозы в растворе методом тонкослойной хроматографии	6
3	3	Идентификация витаминов в препаратах «Ревит», «Комплевит» методом тонкослойной хроматографии	4
4	4	Разделение железа и меди методом ионообменной хроматографии	6
5	4	Определение динамической обменной емкости катионита. Защита лабораторных работ	8
6	5	Определение неорганических катионов методом капиллярного электрофореза	8
7	7	Качественный анализ по параметрам удерживания	6
8	7	Газохроматографическое определение содержания углеводов С5-С8. Защита лабораторных работ	8
		Итого	50

5 Учебно-методическое обеспечение дисциплины

5.1 Основная литература

1. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа: Учебное пособие / А.И. Жебентяев. - М.: НИЦ Инфра-М; Мн.: Нов. знание, 2013. - 206 с.: ISBN 978-5-16-006615-8.

Режим доступа: <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=399829>.

2. Хроматографические методы анализа : учеб. пособие для вузов / Е. В. Кощей, Д. В. Манков. - Оренбург : ГОУ ОГУ, 2008. - 119 с.

5.2 Дополнительная литература

1. Конюхов, В. Ю. Хроматография [Текст] : учебник / В. Ю. Конюхов. - Санкт-Петербург : Лань, 2012. - 224 с. : ил. - (Учебники для вузов. Специальная литература). - Глоссарий: с. 201-217. - Библиогр.: с. 218-220. - ISBN 978-5-8114-1333-1.

2. Сычев, С. Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография: аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем [Текст] : учебное пособие / С. Н. Сычев, В. А. Гав-

рилина. - Санкт-Петербург : Лань, 2013. - 256 с. : ил. - (Учебники для вузов. Специальная литература). - Прил.: с. 219-251. - ISBN 978-5-8114-1377-5.

3. Бёккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза [Электронный ресурс] / Бёккер Ю. - РИЦ "Техносфера", 2009. Режим доступа: http://biblioclub.ru/index.php?page=book_view&book_id=89008

5.3 Периодические издания

1. Журнал аналитической химии : журнал. - М. : Академиздатцентр "Наука" РАН, 2016.
2. Журнал неорганической химии : журнал. - М. : Академиздатцентр "Наука" РАН, 2016.

5.4 Интернет-ресурсы

1. SCOPUS [Электронный ресурс] : реферативная база данных / компания Elsevier. – Режим доступа: <https://www.scopus.com/>, в локальной сети ОГУ.

2. ANCHEM.RU [Электронный ресурс] : Учебники, справочники, методики, журналы по аналитической химии. – Режим доступа : www.anchem.ru/

3. American Chemical Society [Электронный ресурс] : база данных. – Режим доступа : <https://www.acs.org/content/acs/en.html>, в локальной сети ОГУ.

4. Royal Society of Chemistry [Электронный ресурс] : полнотекстовая база данных / Королевское химическое общество Великобритании. – Режим доступа : <http://pubs.rsc.org/>, в локальной сети ОГУ.

5. Web of Science [Электронный ресурс]: реферативная база данных / компания Clarivate Analytics. – Режим доступа : <http://apps.webofknowledge.com/>, в локальной сети ОГУ.

5.5 Программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы современных информационных технологий

1. Операционная система Microsoft Windows (В рамках лицензионного соглашения OVS-ES обеспечен весь компьютерный парк ОГУ).

2. Пакет настольных приложений Microsoft Office (Word, Excel, PowerPoint, OneNote, Outlook, Publisher, Access). (В рамках лицензионного соглашения OVS-ES обеспечен весь компьютерный парк ОГУ) для подготовки текстовых документов, обработки экспериментальных результатов и демонстрации презентаций.

3. Автоматизированная интерактивная система сетевого тестирования - АИССТ (зарегистрирована в РОСПАТЕНТ, Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ №2011610456, правообладатель – Оренбургский государственный университет), режим доступа - <http://aist.osu.ru>.

6 Материально-техническое обеспечение дисциплины

Для проведения занятий лекционного типа, используется аудитория оснащенная комплектами ученической мебели, техническими средствами обучения, служащими для представления учебной информации большой аудитории.

Для проведения лабораторных занятий, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации используются специализированные лаборатории, оснащенные оборудованием.

Приборы и оборудование: мультимедийный проектор с ноутбуком, хроматограф «Кристалл», весы аналитические ВЛ -210, рН метры – иономер ЭКОТЕСТ - 2000, фотоколориметр КФК 3-01, иономеры И-160-М4, система капиллярного электрофореза «Капель -105».

Помещение для самостоятельной работы обучающихся оснащено компьютерной техникой, подключенной к сети "Интернет", и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду ОГУ.

К рабочей программе прилагаются:

- Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине.
- Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.