

Минобрнауки России

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования

«Оренбургский государственный университет»

Кафедра химии

## **РАБОЧАЯ ПРОГРАММА**

**ДИСЦИПЛИНЫ**

*«С.1.Б.25.2 Хроматографические методы анализа»*

Уровень высшего образования

**СПЕЦИАЛИТЕТ**

Специальность

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия  
(код и наименование специальности)

Аналитическая химия  
(наименование направленности (профиля) образовательной программы)

Квалификация

Химик. Преподаватель химии

Форма обучения

Очная

Год набора 2018

Рабочая программа рассмотрена и утверждена на заседании кафедры

Кафедра химии

методическая кафедра

протокол № 5 от "10" января 2018г.

Заведующий кафедрой

Кафедра химии

методическая кафедра

подпись

Е. В. Сальникова

д. хим. наук, доцент

Исполнители:

Заведующий кафедрой

специальности

подпись

Е. В. Сальникова

д. хим. наук, доцент

старший преподаватель

специальности

подпись

Е. А. Осипова

д. хим. наук, доцент

СОГЛАСОВАНО:

Председатель методической комиссии по специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

НОУ - химическая

химическая кафедра

Е. В. Сальникова

д. хим. наук, доцент

Заведующий отделом комплексования научной библиотеки

подпись

Н. Н. Грицай

д. хим. наук, доцент

Уполномоченный по качеству факультета

химико-биологического

подпись

Е. С. Барышева

д. хим. наук, доцент

№ регистрации \_\_\_\_\_

© Сальникова Е. В.,  
Осипова Е. А., 2018  
© ОГУ, 2018

## 1 Цели и задачи освоения дисциплины

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

### **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;
- владеть теоретическими знаниями о выборе оптимальных условий проведения хроматографического анализа;

#### *2) познавательный компонент:*

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

#### *3) практический компонент:*

- владеть навыками работы на хроматографе;
- уметь проводить количественный расчет хроматограмм.

## 2 Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к базовой части блока 1 «Дисциплины»

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

Постреквизиты дисциплины: *С.2.Б.П.1 Преддипломная практика, С.2.Б.П.2 Научно-исследовательская работа*

## 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
<p><b>Знать:</b> теоретические основы безопасности жизнедеятельности в системе «человек - среда обитания»;</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- правовые, нормативно-технические и организационные основы безопасности жизнедеятельности.</li></ul> <p><b>Уметь:</b> - эффективно применять средства защиты персонала и населения от поражающих факторов чрезвычайных ситуаций;</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- разрабатывать мероприятия по повышению безопасности и экологичности производственной деятельности.</li></ul> <p><b>Владеть:</b> - методами оценки опасности химического производства;</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- нормами техники безопасности в лабораторных и технологических условиях.</li></ul>	ОПК-6 владением нормами техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях
<p><b>Знать:</b> - основные области использования современной аппаратуры при проведении научных исследований;</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- принцип работы современной аппаратуры при проведении научных исследований</li></ul>	ПК-2 владением навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований

Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций исследований.	Формируемые компетенции
<p><b>Уметь:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- работать на современной аппаратуре по стандартным методикам анализа;</li> <li>- адаптировать стандартные методики для проведения научных исследований;</li> <li>- проводить наблюдения и измерения, составлять их описание, формулировать выводы и правильно интерпретировать результаты.</li> </ul> <p><b>Владеть:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований;</li> <li>- навыками составления описаний научных исследований и формулировкой выводов.</li> </ul>	

## 4 Структура и содержание дисциплины

### 4.1 Структура дисциплины

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

Вид работы	Трудоемкость, академических часов	
	6 семестр	всего
<b>Общая трудоёмкость</b>	<b>180</b>	<b>180</b>
<b>Контактная работа:</b>	<b>64,25</b>	<b>64,25</b>
Лекции (Л)	26	26
Лабораторные работы (ЛР)	38	38
Промежуточная аттестация (зачет, экзамен)	0,25	0,25
<b>Самостоятельная работа:</b> - выполнение индивидуального творческого задания (ИТЗ); - самоподготовка (проработка и повторение лекционного материала и материала учебников и учебных пособий); - подготовка к лабораторным занятиям; - подготовка к рубежному контролю.	<b>115,75</b>	<b>115,75</b>
<b>Вид итогового контроля (зачет, экзамен, дифференцированный зачет)</b>	<b>диф. зач.</b>	

Разделы дисциплины, изучаемые в 6 семестре

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		всего	аудиторная работа			внеауд. работа
			Л	ПЗ	ЛР	
1	Общие сведения о хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса	18	2			16
2	Теории хроматографических процессов. Хроматографическое разделение	14	2	-	-	12
3	Тонкослойная хроматография	20	2	-	6	12
4	Ионообменная хроматография	24	4	-	6	14
5	Газовая хроматография	24	4	-	10	10
6	Жидкостная хроматография	22	4	-	8	10
7	Качественный и количественный анализ в хроматографии	18	4	-	-	14

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		всего	аудиторная работа			внеауд. работа
			Л	ПЗ	ЛР	
8	Сверхкритическая флюидная хроматография	26	2	-	8	16
9	Хроматомасс-спектрометрия	14	2	-	-	12
	<b>Итого:</b>	<b>180</b>	<b>26</b>		<b>38</b>	<b>116</b>
	<b>Всего:</b>	<b>180</b>	<b>26</b>		<b>38</b>	<b>116</b>

## 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.

**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, модифи-

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

Аппаратура для ВЭЖХ Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Системы вводы 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	4
3	3	Идентификация витаминов в препаратах «Ревит», «Комплевит» методом тонкослойной хроматографии	2
4	4	Разделение железа и меди методом ионообменной хроматографии.	6
5	4	Определение динамической обменной емкости катионита. Защита лабораторных работ	6
6	5	Определение неорганических катионов методом капиллярного электрофореза	6
7	7	Качественный анализ по параметрам удерживания	4
8	7	Газохроматографическое определение содержания углеводов С5-С8. Защита лабораторных работ	6
		<b>Итого:</b>	<b>38</b>

### 5 Учебно-методическое обеспечение дисциплины

#### 5.1 Основная литература

1. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа: Учебное пособие / А.И. Желтяев. - М.: НИЦ Инфра-М; Мн.: Нов. знание, 2013. - 206 с.: ил.; 60x90 1/16. - (Высшее образование). 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. Гаврилина. - 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](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_view&book_id=89008)

### 5.3 Периодические издания

1. Журнал аналитической химии : журнал. - М. : Академиздатцентр "Наука" РАН, 2015.
2. Журнал аналитической химии : журнал. - М. : Академиздатцентр "Наука" РАН, 2016.
3. Журнал физической химии : журнал. - М. : Академиздатцентр "Наука" РАН, 2016 -2017.

### 5.4 Интернет-ресурсы

– <http://www.biblioclub.ru> - сайт ЭБС «Университетская библиотека online»;

– <http://e.lanbook.com/> - сайт ЭБС ««Лань»»;

– <http://rucont.ru/> - сайт ЭБС «РУКОНТ»;

– <http://znanium.com/> - сайт ЭБС «ZNANIUM.COM»;

– <http://iprbookshop.ru/online-versiya.html> - сайт ЭБС «IPRbooks»;

Сайт Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова. – Режим доступа : <http://www.msu.ru>

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

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

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

6. ГАРАНТ Платформа F1 [Электронный ресурс]: справочно-правовая система. / Разработчик ООО НПП «ГАРАНТ-Сервис», 119992, Москва, Воробьевы горы, МГУ, [1990–2018]. - Режим доступа в сети ОГУ для установки системы: <\\fileserver1\GarantClient\garant.exe>

7. КонсультантПлюс [Электронный ресурс]: электронное периодическое издание справочная правовая система. / Разработчик ЗАО «Консультант Плюс», [1992–2018]. – Режим доступа к системе в сети ОГУ для установки системы: <\\fileserver1\CONSULT\cons.exe>

8. Бесплатное средство просмотра файлов PDF - Adobe Reader.

9. Архиватор – WinRAR.

10. Свободный файловый архиватор - 7-Zip.

11. 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», центрифуга, весы аналитические, рН метр, фотоколориметр, иономер, 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.