

Минобрнауки России

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Оренбургский государственный университет»

Кафедра химии

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА
ДИСЦИПЛИНЫ**

«Б1.Д.В.4 Хроматографические методы анализа»

Уровень высшего образования

СПЕЦИАЛИТЕТ

Специальность

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
(код и наименование специальности)

Аналитическая химия

(наименование направленности (профиля)/специализации образовательной программы)

Квалификация
Химик. Преподаватель химии

Форма обучения
Очная

Год набора 2019

Рабочая программа рассмотрена и утверждена на заседании кафедры

Кафедра химии

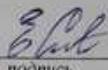
наименование кафедры

протокол № 5 от "14" января 2019 г.

Заведующий кафедрой

Кафедра химии

наименование кафедры



подпись

Е.В. Сальникова

расшифровка подписи

Исполнители:

Заведующий кафедрой химии

должность



подпись

Е.В. Сальникова

расшифровка подписи

старший преподаватель

должность



подпись

Е.А. Осипова

расшифровка подписи

СОГЛАСОВАНО:

Председатель методической комиссии по специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

коо наименование

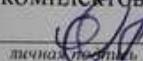


личная подпись

Е.В. Сальникова

расшифровка подписи

Заведующий отделом комплектования научной библиотеки



личная подпись

Н.Н. Грицай

расшифровка подписи

Уполномоченный по качеству факультета

химико-биологического

личная подпись



Е.С. Барышева

расшифровка подписи

№ регистрации _____

© Сальникова Е.В.,
Осипова Е.А., 2019
© ОГУ, 2019

1 Цели и задачи освоения дисциплины

Цель освоения дисциплины: 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 обязательным дисциплинам (модулям) вариативной части блока Д «Дисциплины (модули)»

Пререквизиты дисциплины: *Б1.Д.Б.21 Аналитическая химия*

Постреквизиты дисциплины: *Б2.П.В.П.3 Научно-исследовательская работа, Б2.П.В.П.4 Преддипломная практика*

3 Требования к результатам обучения по дисциплине

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование следующих результатов обучения

Код и наименование формируемых компетенций	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций
ПК*-1 Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках	ПК*-1-В-1 Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий ПК*-1-В-2 Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов	Знать: <ul style="list-style-type: none">- экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения химических задач Уметь: <ul style="list-style-type: none">- выбирать экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов Владеть:

Код и наименование формируемых компетенций	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций
		-навыками планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках
ПК*-7 Способен использовать аналитические методы исследования в анализе различных объектов	ПК*-7-В-1 Осуществляет подбор аналитических методов исследования объектов исходя из доступного оборудования и реагентов ПК*-7-В-2 Осуществляет отбор проб и пробоподготовку по стандартным методикам ПК*-7-В-3 Проводит исследования различных объектов аналитическими методами	Знать: - аналитические методы исследования объектов с помощью доступного оборудования и реагентов Уметь: - осуществлять отбор проб и пробоподготовку по стандартным методикам Владеть: - способностью использовать аналитические методы исследования в анализе различных объектов

4 Структура и содержание дисциплины

4.1 Структура дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетные единицы (108 академических часов).

Вид работы	Трудоемкость, академических часов	
	5 семестр	всего
Общая трудоёмкость	108	108
Контактная работа:	84,25	84,25
Лекции (Л)	34	34
Лабораторные работы (ЛР)	50	50
Промежуточная аттестация (зачет, экзамен)	0,25	0,25
Самостоятельная работа: - 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.	23,75	23,75
Вид итогового контроля (зачет, экзамен, дифференцированный зачет)	диф. зач.	

Разделы дисциплины, изучаемые в 5 семестре

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов			
		всего	аудиторная работа		внеауд. работа
			Л	ПЗ	
1	Общие сведения о хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса	18	2		16
2	Теории хроматографических процессов. Хроматографическое разделение	16	4	-	-
3	Тонкослойная хроматография	24	2	-	10
4	Ионообменная хроматография	32	4	-	14
5	Газовая хроматография	26	6	-	10
6	Жидкостная хроматография	24	6	-	10
7	Качественный и количественный анализ в хроматографии	18	4	-	-
8	Сверхкритическая флюидная хроматография	26	2	-	8
9	Хроматомасс-спектрометрия	16	4	-	-
	Итого:	108	34		50
	Всего:	108	34		24

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. Размытие 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 размытие 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 Rf 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, модификация 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. Препартивная 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	6
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	6
7	7	Качественный анализ по параметрам удерживания	6
8	7	Газохроматографическое определение содержания углеводородов C5-C8. 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.: 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. Манаков. - 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

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

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.

5.5 Программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы

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>.
4. Springer [Электронный ресурс] : база данных научных книг, журналов, справочных материалов / компания Springer Customer Service Center GmbH . – Режим доступа : <https://link.springer.com/>, в локальной сети ОГУ.
5. КонсультантПлюс [Электронный ресурс]: электронное периодическое издание справочная правовая система / Разработчик ЗАО «Консультант Плюс, 2019. – Режим доступа к системе в сети ОГУ для установки системы:\files\server 1\! CONSULT\cons.exe.

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, кондуктометр «Мультитест КСП-1», датчик кондуктометрический, хроматограф «Кристалл», центрифуга (ЦЛМН – Р10-01), весы аналитические ВЛ -210, pH метры – иономер ЭКОТЕСТ - 2000, фотоколориметр КФК 3-01, фотоколориметр КФК – 2МП, ФЭК – 56М, иономеры И-160-М4, система капиллярного электрофореза «Капель -105», полярограф ПИ-1, SpectroScan.

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