

Минобрнауки России

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования

«Оренбургский государственный университет»

Кафедра химии

## **РАБОЧАЯ ПРОГРАММА**

**ДИСЦИПЛИНЫ**

*«Б1.Д.В.2 Хроматографические методы анализа»*

Уровень высшего образования

**БАКАЛАВРИАТ**

Направление подготовки

*04.03.01 Химия*

(код и наименование направления подготовки)

*Нефтехимия*

(наименование направленности (профиля) образовательной программы)

Квалификация

*Бакалавр*

Форма обучения

*Очная*

Год набора 2021

Рабочая программа дисциплины «Б1.Д.В.2 Хроматографические методы анализа» рассмотрена и утверждена на заседании кафедры

Кафедра химии

наименование кафедры

протокол № 5 от "14" января 2021 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

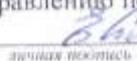
расшифровка подписи

СОГЛАСОВАНО:

Председатель методической комиссии по направлению подготовки

04.03.01 Химия

код наименования



личная подпись

Е. В. Сальникова

расшифровка подписи

Заведующий отделом комплектования научной библиотеки

личная подпись



Н. Н. Бигалиева

расшифровка подписи



Уполномоченный по качеству факультета  
химико-биологического

личная подпись



Е. С. Алешина

расшифровка подписи

№ регистрации \_\_\_\_\_

## 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.16 Аналитическая химия*

Постреквизиты дисциплины: *Б2.П.В.П.2 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 выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации	ПК*-1-В-4 Готовит объекты исследования ПК*-1-В-5 Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании при реализации вычислений и компьютерного моделирования	<b>Знать:</b> - технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности. <b>Уметь:</b> - готовить объекты исследования; - выполнять стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании.

Код и наименование формируемых компетенций	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций
		<b>Владеть:</b> - способностью выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач.

#### 4 Структура и содержание дисциплины

##### 4.1 Структура дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 4 зачетные единицы (144 академических часа).

Вид работы	Трудоемкость, академических часов	
	5 семестр	всего
<b>Общая трудоёмкость</b>	<b>144</b>	<b>144</b>
<b>Контактная работа:</b>	<b>103,25</b>	<b>103,25</b>
Лекции (Л)	52	52
Лабораторные работы (ЛР)	50	50
Консультации	1	1
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; - подготовка к промежуточной аттестации.	<b>40,75</b>	<b>40,75</b>
<b>Вид итогового контроля (зачет, экзамен, дифференцированный зачет)</b>	<b>экзамен</b>	

Разделы дисциплины, изучаемые в 5 семестре

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		всего	аудиторная работа			внеауд. работа
			Л	ПЗ	ЛР	
1	Общие сведения о хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса	10	6			4
2	Теории хроматографических процессов. Хроматографическое разделение	8	4	-	-	4
3	Тонкослойная хроматография	16	2	-	10	4
4	Ионообменная хроматография	22	4	-	14	4
5	Газовая хроматография	26	10	-	10	6
6	Жидкостная хроматография	24	10	-	8	6
7	Качественный и количественный анализ в хроматографии	10	6	-	-	4

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		всего	аудиторная работа			внеауд. работа
			Л	ПЗ	ЛР	
8	Сверхкритическая флюидная хроматография	16	4	-	8	4
9	Хроматомасс-спектрометрия	12	6	-	-	6
	<b>Итого:</b>	<b>144</b>	<b>52</b>		<b>50</b>	<b>42</b>
	<b>Всего:</b>	<b>144</b>	<b>52</b>		<b>50</b>	<b>42</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, 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.

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 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.**

Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, его разрешающая сила, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные). Определение молекулярной бруттоформулы по масс-спектру: метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону. Масс-спектрометрические правила: азотное, “четно-электронное”, затрудненный разрыв связей, прилежащих к ненасыщенным системам. Понятие о методе химической ионизации и хроматомасс-спектрометрии.

### 4.3 Лабораторные работы

№ ЛР	№ раздела	Наименование лабораторных работ	Кол-во часов
1	1, 2	Техника безопасности. Разделение ионов $Fe^{3+}$ , $Co^{2+}$ и $Ni^{2+}$	6
2	3	Осадочная бумажная хроматография	6
3	3	Получение практических навыков определения индексов удерживания ( $R_f$ ) органических красителей методом тонкослойной хроматографии	4
4	3	Определение моно- и дисахаридов методом тонкослойной хроматографии	6
5	3	Идентификация витаминов препаратов «Ревит», «Компливит» методом тонкослойной хроматографии	8
6	6	Определение неорганических анионов (хлорида, сульфата, нитрита, нитрата, фторида, фосфата) методом капиллярного электрофореза	6
7	6	Определение неорганических катионов (аммония, калия, натрия, лития, магния, стронция, бария и кальция) методом капиллярного электрофореза	6
		Итого:	50

## 5 Учебно-методическое обеспечение дисциплины

### 5.1 Основная литература

1. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа: Учебное пособие / А.И. Желтнев. - 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. Сальникова, Е. В. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс] : методические указания для обучающихся по образовательной программе высшего образования по специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия и направлению подготовки 04.03.01 Химия / Е. В. Сальникова, Е. А. Осипова; Оренбург : ОГУ. - 2019. - 63 с.

### 5.3 Периодические издания

1. Журнал аналитической химии : журнал. - М. : Академиздатцентр "Наука" РАН.
2. Журнал физической химии : журнал. - М. : Академиздатцентр "Наука" РАН.

### 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>

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

– 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**

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. ГАРАНТ Платформа F1 [Электронный ресурс]: справочно-правовая система. / Разработчик ООО НПП «ГАРАНТ-Сервис», 119992, Москва, Воробьевы горы, МГУ, [1990–2021]. - Режим доступа в сети ОГУ для установки системы: <\\fileserv1\GarantClient\garant.exe>

5. Консультант Плюс [Электронный ресурс]: электронное периодическое издание справочная правовая система. / Разработчик ЗАО «Консультант Плюс», [1992–2021]. – Режим доступа к системе в сети ОГУ для установки системы: <\\fileserv1\CONSULT\cons.exe>.

6. Бесплатное средство просмотра файлов PDF - Adobe Reader.

7. Архиватор – WinRAR.

8. Свободный файловый архиватор - 7-Zip.

## **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, 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.