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 2023

Рабочая программа дисциплины «*Б1.Д.В.4 Хроматографические методы анализа*» рассмотрена и утверждена на заседании кафедры

Кафедра химии
наименование кафедры

протокол № 5 от "12" 01 2023 г.

Заведующий кафедрой
Кафедра химии — подпись — Е.В. Сальникова
наименование кафедры *подпись* *расшифровка подписи*

Исполнители:
Заведующий кафедрой химии — подпись — Е.В. Сальникова
должность *подпись* *расшифровка подписи*

Старший преподаватель — подпись — Е.А. Осипова
должность *подпись* *расшифровка подписи*

СОГЛАСОВАНО:
Председатель методической комиссии по специальности
04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия — Е.В. Сальникова
код наименование *личная подпись* *расшифровка подписи*

Заведующий отделом формирования фонда и научной обработки документов
личная подпись Н.Н. Бигалиева
расшифровка подписи

Уполномоченный по качеству факультета
личная подпись А.Н. Сизенцов
расшифровка подписи

№ регистрации _____

© Сальникова Е.В., 2023
Осипова Е.А., 2023
© ОГУ, 2023

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.22 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:** - экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения химических задач **Уметь:** - выбирать эксперимента-льные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов **Владеть:** -навыками планировать работу и выбирать адекватные методы

Код и наименование формируемых компетенций	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций
		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 реактивов 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 реактивов **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;* *- подготовка к промежуточной аттестации.*	**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	ЛР	

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		всего	аудиторная работа			внеауд. работа
			Л	ПЗ	ЛР	
1	Общие сведения о хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса	8	2			6
2	Теории хроматографических процессов. Хроматографическое разделение	6	4	-	-	2
3	Тонкослойная хроматография	14	2	-	10	2
4	Ионообменная хроматография	22	4	-	14	4
5	Газовая хроматография	18	6	-	10	2
6	Жидкостная хроматография	16	6	-	8	2
7	Качественный и количественный анализ в хроматографии	6	4	-	-	2
8	Сверхкритическая флюидная хроматография	12	2	-	8	2
9	Хроматомасс-спектрометрия	6	4	-	-	2
	Итого:	108	34		50	24
	Всего:	108	34		50	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. 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 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. 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 № 5. Газовая хроматография.

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

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.

Капиллярная хроматография. Особенности и преимущества метода. Уравнение Голея. Аппаратура для капиллярной хроматографии (устройства для ввода проба, 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.

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. 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 С5-С8. Защита лабораторных работ	8
		Итого:	50

5 Учебно-методическое обеспечение дисциплины

5.1 Основная литература

1. Аналитическая химия. Химический анализ [Текст] : учебник для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальности "Химия" / И. Г. Зенкевич [и др.]; под ред. Л. Н. Москвина.- 2-е изд., стер. - Санкт-Петербург : Лань, 2022. - 444 с. : ил. - (Высшее образование). - Библиогр.: с. 412-416. - Прил.: с. 417-422. - Предм. указ.: с. 423-440. - ISBN 978-5-8114-9169-8.

2. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ [Текст] : учебник для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальности "Химия" / М. И. Булатов [и др.]; под ред. Л. Н. Москвина.- 4-е изд., стер. - Санкт-Петербург : Лань, 2022. - 584 с. : ил. - (Высшее образование). - Прил.:с. 563-573. - Библиогр.: с. 574-578. - ISBN 978-5-8114-9165-0.

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; М-во науки и высш. образования Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. образования "Оренбург. гос. ун-т", Каф. химии. - Электрон. текстовые дан. (1 файл: 0.61 Мб). - Оренбург : ОГУ, 2019. - 63 с. - Загл. с тит. экрана. - Adobe Acrobat Reader 6.0. - Режим доступа: http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/112910_20191029.pdf

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

5.3 Периодические издания

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

5.5 Программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы

1. Пакет офисных приложений LibreOffice
2. Программная система для организации видео-конференц-связи Webinar.ru
3. ГАРАНТ Платформа F1 [Электронный ресурс]: справочно-правовая система. / Разработчик ООО НПП «ГАРАНТ-Сервис», 119992, Москва, Воробьевы горы, МГУ, [1990–2023]. – Режим доступа в сети ОГУ для установки системы: \\fileserver1\GarantClient\garant.exe
4. КонсультантПлюс [Электронный ресурс]: электронное периодическое издание справочная правовая система. / Разработчик ЗАО «Консультант Плюс», [1992–2023]. – Режим доступа к системе в сети ОГУ для установки системы: \\fileserver1\!CONSULT\cons.exe
5. http://edu.garant.ru/garant/study/ - Интернет-версия ГАРАНТ-Образование, Система ГАРАНТ для студентов, аспирантов и преподавателей
6. 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.
7. ANCHEM.RU [Электронный ресурс] : Учебники, справочники, методики, журналы по аналитической химии. – Режим доступа :www.anchem.ru/

6 Материально-техническое обеспечение дисциплины

Учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа, семинарского типа, для проведения групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Аудитории оснащены 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, химической посудой и реактивами.

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