

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное
Образовательное учреждение высшего образования
«Астраханский государственный университет имени В.Н. Татищева»
(Астраханский государственный университет им. В.Н. Татищева)

СОГЛАСОВАНО
Руководитель ОПОП
_____ А.Г.Тырков
24 апреля 2024 г.

УТВЕРЖДАЮ
Заведующий кафедрой химии
_____ Л.А.Джигола
24 апреля 2024 г.

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
«ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ
СРЕДЫ»**

Составитель	Абдурахманова Н.М., доцент, к.х.н., доцент
Направление подготовки / специальность	04.03.01 «ХИМИЯ»
Направленность (профиль) ОПОП	ХИМИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ХИМИЧЕСКАЯ ЭКСПЕРТИЗА И ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ
Квалификация (степень)	бакалавр
Форма обучения	Очная
Год приема	2021
Курс	4
Семестр	8

Астрахань - 2024

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1. Целью освоения дисциплины «Хроматографические методы анализа объектов окружающей среды» является формирование у студентов представлений о методах хроматографического исследования объектов окружающей среды.

1.2. Задачи освоения дисциплины: ознакомление студентов с практическими навыками хроматографических методов исследования.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП

2.1. Учебная дисциплина «Хроматографические методы анализа объектов окружающей среды» относится к элективной части и осваивается в 8 семестре.

2.2. Для изучения данной учебной дисциплины необходимы следующие знания, умения, навыки, формируемые предшествующими учебными дисциплинами:

- аналитической химии,
- органической химии,
- физической химии,
- химическими основами биологических процессов,
- физических методов анализа.

Знания: достоинства хроматографии как гибридного метода, сочетающего разделение и определение, и области его применения; теоретические основы линейной хроматографии для понимания причин размытия хроматографических зон и факторов, влияющих на селективность разделения и эффективность процесса; классификацию хроматографических методов, характеристики неподвижных фаз и элюентов и принципы их выбора в разных методах аналитической хроматографии; элюционные характеристики хроматограмм, характеристики σ эффективности хроматографической системы, критерии разделения и селективности; основные узлы хроматографов и их назначение, типы и информационные возможности детекторов.

Умения: проводить обработку хроматограмм, определять первичные параметры удерживания, рассчитывать характеристики разделения, эффективности и селективности; проводить идентификацию веществ по индексам удерживания и корреляционным зависимостям; осуществлять расчет результатов количественного анализа по экспериментальным данным с использованием методов нормализации, внутреннего и внешнего стандарта и абсолютной калибровки.

Навыки: техники безопасности при выполнении работ в лаборатории, регистрации и обработки результатов, методологией выбора метода хроматографического анализа в зависимости от аналитических задач и объекта анализа.

2.3. Последующие учебные дисциплины, для которых необходимы знания, умения и навыки, формируемые данной учебной дисциплиной:

- современные методы химического анализа (практическое использование методов для анализа биологических объектов);
- биоорганическая химия (анализ природных веществ);
- метрология, стандартизация и сертификация в химии (умения и навыки в области метрологии, стандартизации и сертификации).

Дисциплина встраивается в структуру ОПОП ВО как с точки зрения преемственности содержания, так и с точки зрения непрерывности процесса формирования компетенций выпускника.

3. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Процесс освоения дисциплины направлен на формирование элементов следующей компетенции в соответствии с ФГОС ВО и ОПОП ВО по данному направлению подготовки/специальности:

в) профессиональные:

ПК-3 «Способен готовить объекты исследования (вещества синтетического и природного происхождения, материалы и пр.) и проводить их изучение по заданным методикам»

Таблица 1 - Декомпозиция результатов обучения

Код и наименование компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине		
	Знать (1)	Уметь (2)	Владеть (3)
ПК-3 Способен выбирать технические средства и методы испытаний (исследований) для решения поставленных задач химической направленности	ИПК-3.1.1. Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана работы ИПК-3.1.2. Достоинства хроматографии как гибридного метода, сочетающего разделение и определение, и области его применения; ИПК-3.1.3. теоретические основы линейной хроматографии для понимания причин размывания хроматографических зон и факторов, влияющих на селективность разделения и эффективность процесса.	ИПК- 3.2.1. Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач. ИПК-3.2.2. Проводить обработку хроматограмм, определять первичные параметры удерживания. ИПК-3.2.3. рассчитывать характеристики разделения, эффективности и селективности.	ИПК-3.3.1. Проводит отбор, идентификацию образцов, подготовку технической документации на образцы, устанавливает нормативные значения контролируемых показателей. ИПК-3.3.2. Техниккой безопасности при выполнении работ в лаборатории, регистрации и обработки результатов.

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Объем дисциплины (модуля) составляет 2 зачетные единицы, в том числе 36 часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (из них 18 часов – лабораторные занятия), и 36 часа – на самостоятельную работу обучающихся.

Таблица 2 - Структура и содержание дисциплины

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Семестр	Контактная работа (в часах)			Самост. работа		Форма текущего контроля успеваемости, форма промежуточной
		Л	ПЗ	ЛР	КР	СР	

							аттестации [по семестрам]
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	4	5		4		2	Собеседование
Тема 2. Теоретические основы аналитической хроматографии	4	5		5		2	Собеседование
Тема 3. Газовая хроматография	4	5		5		2	Собеседование
Тема 4. Жидкостная хроматография	4	5		5		2	Собеседование
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография	4	5		6		2	Собеседование
Тема 6. Капиллярный электрофорез	4	5		5		2	Собеседование
Итого		30		30		12	Зачет

Таблица 3 - Матрица соотнесения разделов, тем учебной дисциплины и формируемых компетенций

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Кол-во часов	Код компетенции	Общее количество компетенций
		ПК-3	
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	11	+	1
Тема 2. Теоретические основы аналитической хроматографии.	12	+	1
Тема 3. Газовая хроматография.	12	+	1
Тема 4. Жидкостная хроматография.	12	+	1
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография.	13	+	1
Тема 6. Капиллярный электрофорез.	12	+	1
Итого	72		

Краткое содержание каждой темы дисциплины.

Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.

Сущность хроматографического метода анализа. История его возникновения и развития. Современное состояние метода, области применения, значение среди других аналитических методов. Классификация хроматографических методов по режиму хроматографирования, агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат – сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз. Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.

Тема 2. Теоретические основы аналитической хроматографии.

Параметры удерживания. Время удерживания. Мертвое время. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания. Коэффициент распределения. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Основное уравнение хроматографирования. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Коэффициент разделения. Степень разделения (разрешение). Теории хроматографических процессов. Подходы к описанию хроматографического процесса и модели его. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с коэффициентом распределения и изотермой сорбции. Профиль хроматографического пика в зависимости от вида изотермы сорбции. Причины размывания хроматографической зоны. Неравновесная хроматография. Основные положения теории теоретических тарелок. Число теоретических тарелок. Высота, эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ), и эффективность хроматографической колонки. Ограничения концепции теоретических тарелок. Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зоны сорбата в газовой и жидкостной хроматографии (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередаче в подвижной и неподвижной фазах и другие причины). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Оптимальные величины ВЭТТ и линейной скорости потока в газовой хроматографии. Связь ВЭТТ с эффективным коэффициентом диффузии. Уравнение Голя для капиллярных колонок. Общие рекомендации по скорости потока газа-носителя, по выбору неподвижной фазы, по заполнению колонок и приготовлению «тонких слоёв», выбору размера частиц стационарной фазы. Достоинства капиллярных колонок. Особенности уравнения Ван-Деемтера в жидкостной хроматографии. Принципиальная схема хроматографа. Выбор условий хроматографического определения. Качественный и количественный анализ в хроматографии. Подходы к идентификации веществ: использование индексов удерживания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов. Измерение высот и площадей пиков. Графическое, автоматическое измерение и расчет площади пиков разного вида. Методы количественного анализа: внутренней нормализации, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта, метод добавок. Достоинства и недостатки методов, границы их применения. Источники ошибок, воспроизводимость результатов измерений.

Тема 3. Газовая хроматография.

Общая характеристика метода. Теоретические основы метода. Аналитические возможности газо-адсорбционной (ГАХ) и газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ). Аппаратура для газовой хроматографии. Устройства ввода проб в колонку. Хроматографические колонки. Насадочные колонки и их заполнение. Подготовка (кондиционирование) колонок. Капиллярные колонки и материалы для их изготовления. Термостаты. Блоки подготовки газов. Газы-носители. Измерение расхода газа-носителя. Изотермический режим хроматографирования и программирование температуры колонки. Классификация детекторов в газовой хроматографии. Требования, предъявляемые к детекторам, и их основные характеристики (чувствительность, отношение сигнал/шум, инерционность, линейный диапазон). Поправочные коэффициенты чувствительности детектора. Принципы работы и аналитические возможности важнейших детекторов: катарометра (по теплопроводности, ДТП), ионизационно-пламенного (ДИП), термоионного (ТИД), электронного захвата (ДЭЗ), фотоионизационного (ФИД), пламенно-фотометрического (ДПФ) детекторов. Газовые хроматографы (лабораторные, промышленные, целевые и универсальные). Основные характеристики некоторых зарубежных и отечественных хроматографов. Системы автоматизации анализа. Применение микроЭВМ и компьютеров для управления работой хроматографа и обработки хроматографической информации. Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография (ГАХ). Пористые и непористые адсорбенты (минеральные и полимерные) для ГАХ: углеродные адсорбенты, адсорбенты на основе кремнезема, молекулярные сита, пористые полимеры и их хроматографические

свойства. Требования к адсорбентам. Модифицирование поверхности адсорбентов. Примеры применения метода. Газо-жидкостная хроматография (ГЖХ). Механизм разделения веществ в ГЖХ. Требования к неподвижной жидкой фазе. Классификация неподвижных фаз по полярности. Влияние природы и количества неподвижной жидкой на эффективность разделения. Методы нанесения неподвижной жидкости на твердый носитель. Максимальная рабочая температура неподвижной жидкой фазы. Носители в ГЖХ и требования к ним. Основные типы твердых носителей. Модифицирование твердых носителей. Примеры применения ГЖХ для анализа сложных смесей. Применение в анализе объектов окружающей среды. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Основные закономерности размытия хроматографических зон в капиллярной хроматографии. Стеклообразные и кварцевые капилляры. Требования к внутренней поверхности колонки. Полые капиллярные колонки, внутренние стенки которых покрыты жидкостью (WCOT), пористым слоем адсорбента (PLOT), слоем твердого носителя, пропитанного неподвижной жидкой фазой (SCOT). Перспективы использования капиллярных колонок. Качественный и количественный газохроматографический анализ. Использование абсолютных, относительных и логарифмических индексов удерживания. Индексы удерживания Ковача. Источники погрешностей при их использовании. Графические методы идентификации. Методика количественной газовой хроматографии. Стандарты. Особенности пробоподготовки в газовой хроматографии (при анализе примесей в воздухе, воде). Парофазный анализ при определении летучих примесей в воде. Реакционная газовая хроматография. Задачи и способы проведения доколониальной и после колониальной деривации сорбатов. Методы вычитания и сдвига пиков. Газовые хроматографы (лабораторные, промышленные, целевые и универсальные). Основные характеристики некоторых зарубежных и отечественных хроматографов. Системы автоматизации анализа. Применение микроЭВМ и компьютеров для управления работой хроматографа и обработки хроматографической информации.

Тема 4. Жидкостная хроматография.

Методы и аппаратные особенности жидкостной хроматографии. Круг определяемых веществ. Классический вариант (низкого давления) и высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Аналитические характеристики ВЭЖХ. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Системы ввода элюента и анализируемой пробы. Подготовка растворителей. Требования к чистоте растворителей. Подготовка пробы. Насосы, колонки. Детекторы и их выбор: фотометрические, флуориметрические, рефрактометрические, электрохимические. Особенности идентификации компонентов сложной смеси в ВЭЖХ. Отечественные и зарубежные жидкостные хроматографы. Адсорбционная (жидкостно-твердофазная) хроматография. Основные представления о механизме Знать: достоинства и аналитические возможности методов жидкостной хроматографии; теоретические основы методов, механизмы взаимодействия сорбент-сорбат; молекулярной жидкостной адсорбционной хроматографии (ЖАХ). Роль химии поверхности адсорбента и природы подвижной фазы. Сорбенты и требования к ним. Силикагель, оксид алюминия и другие сорбенты. Модифицирование силикагелей. Нормально-фазовая (НФХ) и обращенно-фазовая (ОФХ) хроматография. Области применения. Модифицированные адсорбенты с привитыми фазами. Требования к подвижным фазам – элюентам. Влияние природы и состава элюента на разделение. Элюотропные ряды в НФХ и ОФХ. Изократическое и градиентное элюирование. Аналитические возможности метода ВЭЖХ при анализе сложных смесей органических веществ. НФХ на силикагеле. Типы взаимодействия сорбент-сорбат. Влияние воды и структуры сорбатов на параметры удерживания. Применение НФХ. ОФХ на модифицированных силикагелях. Механизм удерживания. Влияние структуры сорбатов на удерживание. Аналитические возможности метода ОФХ в анализе сложных смесей органических веществ. Нормально-фазовая и обращенно-фазовая ион-парная хроматография.

Сущность метода. Механизмы удерживания. Выбор условий определения. Применение в анализе органических и неорганических соединений. Ионообменная хроматография. Основные представления о механизме ионного обмена. Ионообменное равновесие. Константа равновесия, коэффициент селективности, коэффициент распределения, фактор разделения. Селективность ионного обмена. Кинетика ионного обмена. Классификация ионитов. Неорганические и органические ионообменники. Хелатообразующие сорбенты. Физико-химические свойства ионообменников: обменная емкость, набухание, химическая, термическая и радиационная устойчивость. Характеристики ионитов, используемых в классической колоночной ионообменной хроматографии и в ионной хроматографии. Синтез ионообменников для разделения под давлением. Выбор состава водного элюента. Использование ионообменных разделений. Методы ион-парной, адсорбционно-комплексобразовательной, лигандообменной и осадочной хроматографии. Общие представления о механизмах удерживания, сорбентах и элюентах, аналитических возможностях. Осадители, способы получения и типы осадочных хроматограмм. Ионная хроматография. Сущность метода ионной хроматографии (ионообменной хроматографии в варианте ВЭЖХ). Характеристики сорбентов-ионитов, требования к ним. Связь времени удерживания иона с коэффициентом селективности, обменной емкостью, объемом сорбента, концентрацией элюента. Состав элюентов. Влияние pH, ионной силы, концентрации на параметры разделения. Аппаратура в ионной хроматографии. Одноколоночный и двухколоночный варианты. Разделительные и подавляющие системы. Условия разделения и определения катионов и анионов. Кондуктометрический детектор. Прямое и косвенное детектирование. Возможности использования других детекторов. Области применения ионной хроматографии. Примеры применения при анализе смесей неорганических и органических анионов и катионов. Эксклюзионная хроматография (гель-хроматография). Сущность метода. Гидрофильные и гидрофобные гели. Особенности механизма удерживания молекул. Области применения гель-хроматографии.

Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография.

Сущность метода. Флюид как элюент, его основные свойства (плотность, вязкость, коэффициент диффузии), достоинства и недостатки. Вещества, применяемые в качестве подвижной фазы. Особенности проведения процесса и требования к аппаратному оформлению. Колонки и детекторы, применяемые в СФХ. Примеры практического применения для аналитических целей, сравнение с газовой хроматографией и ВЭЖХ.

Тема 6. Капиллярный электрофорез.

Несорбционные хроматографические методы. Основные принципы вариантов электросепарационных методов (капиллярный зонный электрофорез, капиллярный изотахофорез, капиллярный гель-электрофорез, капиллярное изоэлектрофокусирование, мицеллярная электрокинетическая хроматография и капиллярная электрохроматография). Физико-химические основы методов. Электроосмотический поток (ЭОП). Факторы, влияющие на направление и скорость ЭОП. Электрофоретическая подвижность ионов и влияющие на нее факторы. Аппаратура. Детекторы. Области применения электросепарационных методов. Сравнение их с ВЭЖХ.

5. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПРЕПОДАВАНИЮ И ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

5.1. Указания для преподавателей по организации и проведению учебных занятий по дисциплине (модулю).

Практические занятия проводятся каждую неделю в объеме 2 часов. По окончании изучения каждой темы студенты проходят собеседование по темам.

5.2. Указания для обучающихся по освоению дисциплины.

Таблица 4 - Содержание самостоятельной работы обучающихся

Темы/вопросы, выносимые на самостоятельное изучение	Кол-во часов	Формы работы
Тема 1. Классификация хроматографических методов по режиму хроматографирования, агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат – сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз. Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.	2	Собеседование
Тема 2. Принципиальная схема хроматографа. Выбор условий хроматографического определения. Качественный и количественный анализ в хроматографии. Подходы к идентификации веществ: использование индексов удерживания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов. Измерение высот и площадей пиков.	2	Собеседование
Тема 3. Основные характеристики некоторых зарубежных и отечественных хроматографов. Системы автоматизации анализа. Применение микроЭВМ и компьютеров для управления работой хроматографа и обработки хроматографической информации.	2	Собеседование
Тема 4. Области применения ионной хроматографии. Примеры применения при анализе смесей неорганических и органических анионов и катионов. Эксклюзионная хроматография (гель-хроматография). Сущность метода. Гидрофильные и гидрофобные гели. Особенности механизма удерживания молекул. Области применения гель-хроматографии.	2	Собеседование
Тема 5. Примеры практического применения для аналитических целей, сравнение с газовой хроматографией и ВЭЖХ.	2	Собеседование
Тема 6. Электрофоретическая подвижность ионов и влияющие на нее факторы. Аппаратура. Детекторы. Области применения электросепарационных методов. Сравнение их с ВЭЖХ.	2	Собеседование

5.3. Виды и формы письменных работ, предусмотренных при освоении дисциплины, выполняемые обучающимися самостоятельно.

Перечень вопросов к зачету

1. Определение хроматографии. Какие особенности хроматографии позволяют достичь лучшего разделения веществ с близкими свойствами по сравнению с другими методами разделения.
2. Как классифицируют хроматографические методы по агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат-сорбент, по принципу разделения, технике выполнения, целям и режиму хроматографирования?
3. Объясните смысл терминов "сорбция", "адсорбция", "абсорбция". Изобразите основные типы изотерм распределения. Что понимают под выражением "область Генри"?

4. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с коэффициентом распределения и изотермой сорбции.
5. Объясните, что такое "идеализированный хроматографический пик" и "идеализированный хроматографический процесс", равновесная и неравновесная хроматография. Физические причины размывания хроматографической зоны.
6. Изложите основные положения теории теоретических тарелок. Достоинства и недостатки концепции теоретических тарелок.
7. Диффузионно-массообменная теория. Роль и виды диффузии в хроматографическом процессе.
8. Уравнение Ван-Деемтера. Проанализируйте зависимость высоты теоретической тарелки от скорости газа-носителя. Особенности уравнения Ван-Деемтера для капиллярных колонок.
9. Выбор условий хроматографического разделения на основе теоретических представлений.
10. Укажите причины несимметричного размывания хроматографических пиков. Как их избежать?
11. Первичные характеристики хроматограмм. Хроматографическое удерживание и способы его выражения и определения. Исправленные параметры удерживания.
12. Коэффициент распределения, коэффициент емкости, фазовое отношение, их определение и взаимосвязь. Объясните содержание понятий.
13. Эффективность разделения и селективность хроматографического процесса. Их количественные характеристики.
14. Разрешение хроматографических пиков и его зависимость от хроматографических параметров.
15. Что такое индексы удерживания? Какие системы индексов удерживания используют в газовой хроматографии?
16. Методы расчета индексов Ковача для изотермических условий хроматографического анализа и программированного нагрева.
17. Число разделений, величина разрешения, их взаимосвязь и связь с индексами удерживания Ковача.
18. Возможности и ограничения в использовании метода газовой хроматографии.
19. Назовите основные узлы газового хроматографа. Перечислите требования, предъявляемые к системе ввода пробы. Особенности ввода проб газов, жидкостей и твердых веществ.
20. Сформулируйте принципы детектирования в ГХ и назовите основные типы детекторов. Их чего исходят при выборе детектора?
21. В чем состоит различие в действии интегральных и дифференциальных, концентрационных и потоковых детекторов? Охарактеризуйте зависимость величины и формы сигнала от концентрации и типа детектора.
22. Дайте характеристику следующих свойств детекторов: чувствительность, граничная чувствительность, инерционность, линейный динамический диапазон, селективность.
23. Объясните принцип действия, устройство и возможности катарометра.
24. Ионизационные детекторы (ДИП, термоионный детектор (ДТИ)). Принцип действия, устройство и характеристики.
25. Принцип действия, устройство и особенности детектора электронного захвата.
26. Газ-носитель в газовой хроматографии и требования к нему.
27. Газоадсорбционная хроматография и ее аналитические возможности. Сущность и особенности физико-химических процессов в ГАХ. Основные типы адсорбентов и требования к ним. Области применения ГАХ.
28. В чем состоит различие механизма разделения в методах ГАХ и ГЖХ? Сравните возможности, преимущества и недостатки этих методов.
29. Особенности метода ГЖХ. Механизм распределения в ГЖХ. Область применения ГЖХ.
30. Твердые носители, требования к ним. Основные типы носителей, модифицирование носителей.

31. Неподвижные жидкие фазы для ГЖХ, требования к ним. Классификация НЖФ. Селективность. Связь селективности с термодинамическими характеристиками подвижной и неподвижной фаз. Выбор НЖФ.
32. Преимущества капиллярной газовой хроматографии. Влияние параметров опыта на эффективность разделения в капиллярной хроматографии.
33. Реакционная газовая хроматография. Варианты метода. В чем преимущества и недостатки реакционной газовой хроматографии?
34. Аналитические возможности сверхкритической флюидной хроматографии.
35. Типовые задачи качественного хроматографического анализа и пути их решения. Источники погрешностей при измерении параметров удерживания.
36. Хроматограмма как источник сведений о количественном составе анализируемой смеси. Выбор и измерение основных параметров хроматографических пиков.
37. Условия применения и особенности количественного анализа методами внутренней нормализации, абсолютной калибровки, внутреннего стандарта и стандартной добавки.
38. Причины случайных и систематических погрешностей количественного анализа в газовой хроматографии.

6. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ И ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки/специальности реализация компетентного подхода предусматривает использование в учебном процессе активных и интерактивных форм проведения занятий в объеме 2 ч. (из них 2 ч – круглый стол) в сочетании с внеаудиторной работой с целью формирования и развития требуемых компетенций обучающихся.

6.1. Образовательные технологии

Таблица 5 – Образовательные технологии, используемые при реализации учебных занятий

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Форма учебного занятия		
	Лекция	Практическое занятие, семинар	Лабораторная работа
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	Обзорная лекция	Фронтальный опрос	Не предусмотрено
Тема 2. Теоретические основы аналитической хроматографии.	Лекция-презентация	Фронтальный опрос	Не предусмотрено
Тема 3. Газовая хроматография.	Лекция-презентация	Фронтальный опрос	Не предусмотрено
Тема 4. Жидкостная хроматография.	Лекция-презентация	Фронтальный опрос	Не предусмотрено
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография.	Лекция-презентация	Фронтальный опрос	Не предусмотрено
Тема 6. Капиллярный электрофорез.	Лекция - презентация	Фронтальный опрос	Не предусмотрено

6.2. Информационные технологии

Информационные технологии, используемые при реализации различных видов учебной и внеучебной работы:

- использование возможностей интернета в учебном процессе (рассылка заданий, предоставление выполненных работ, ответы на вопросы, ознакомление обучающихся с оценками и т. д.);
- использование электронных учебников и различных сайтов (например, электронных библиотек, журналов и т. д.) как источников информации;
- использование возможностей электронной почты преподавателя;
- использование средств представления учебной информации (электронных учебных пособий и практикумов, применение новых технологий для проведения очных (традиционных) лекций и семинаров с использованием презентаций и т. д.);
- использование интегрированных образовательных сред, где главной составляющей являются не только применяемые технологии, но и содержательная часть, т. е. информационные ресурсы (доступ к мировым информационным ресурсам, на базе которых строится учебный процесс);
- использование виртуальной обучающей среды (LMS Moodle «Электронное образование») или иных информационных систем, сервисов и мессенджеров.

6.3. Программное обеспечение, современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы.

6.3.1. Программное обеспечение

Наименование программного обеспечения	Назначение
Adobe Reader	Программа для просмотра электронных документов
Платформа дистанционного обучения LMS Moodle	Виртуальная обучающая среда
Mozilla FireFox	Браузер
Microsoft Office 2013, Microsoft Office Project 2013, Microsoft Office Visio 2013	Пакет офисных программ
7-zip	Архиватор
Microsoft Windows 7 Professional	Операционная система
Kaspersky Endpoint Security	Средство антивирусной защиты
Google Chrome	Браузер
Notepad++	Текстовый редактор
OpenOffice	Пакет офисных программ
Opera	Браузер

6.3.2. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

Электронная библиотека «Астраханский государственный университет» собственной генерации на платформе ЭБС «Электронный Читальный зал – БиблиоТех»

<https://biblio.asu.edu.ru>

Учётная запись образовательного портала АГУ

Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента»

Многопрофильный образовательный ресурс «Консультант студента» является электронной библиотечной системой, предоставляющей доступ через Интернет к учебной литературе и дополнительным материалам, приобретённым на основании прямых договоров с правообладателями. Каталог содержит более 15 000 наименований изданий.

www.studentlibrary.ru

Регистрация с компьютеров АГУ

7. ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

7.1. Паспорт фонда оценочных средств.

При проведении текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине «Теоретические основы хроматографических методов» проверяется сформированность у обучающихся компетенций, указанных в разделе 3 настоящей программы. Этапность формирования данных компетенций в процессе освоения образовательной программы определяется последовательным освоением дисциплин и прохождением практик, а в процессе освоения дисциплины – последовательным достижением результатов освоения содержательно связанных между собой разделов, тем.

Таблица 6 - Соответствие разделов, тем дисциплины, результатов обучения по дисциплине и оценочных средств

Контролируемый раздел, тема дисциплины	Код контролируемой компетенции	Наименование оценочного средства
Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации.	ПК-3	Собеседование
Тема 2. Теоретические основы аналитической хроматографии.	ПК-3	Собеседование
Тема 3. Газовая хроматография.	ПК-3	Собеседование
Тема 4. Жидкостная хроматография.	ПК-3	Собеседование
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография.	ПК-3	Собеседование
Тема 6. Капиллярный электрофорез.	ПК-3	Собеседование

7.2. Описание показателей и критериев оценивания компетенций, описание шкал оценивания

Таблица 7 - Показатели оценивания результатов обучения в виде знаний

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	- демонстрирует глубокое знание теоретического материала, умение обоснованно излагать свои мысли по обсуждаемым вопросам, способность полно, правильно и аргументированно отвечать на вопросы, приводить примеры;
4 «хорошо»	- демонстрирует знание теоретического материала, его последовательное изложение, способность приводить примеры, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя;
3 «удовлетворительно»	- демонстрирует неполное, фрагментарное знание теоретического материала, требующее наводящих вопросов преподавателя, допускает существенные ошибки в его изложении, затрудняется в приведении примеров и формулировке выводов;

2 «неудовлетворительно»	- демонстрирует существенные пробелы в знании теоретического материала, не способен его изложить и ответить на наводящие вопросы преподавателя, не может привести примеры.
----------------------------	--

Таблица 8 - Показатели оценивания результатов обучения в виде умений и владений

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы
4 «хорошо»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует отдельные, несистематизированные навыки, неспособен применить знание теоретического материала при выполнении заданий, испытывает затруднения и допускает ошибки при выполнении заданий, выполняет задание при подсказке преподавателя, затрудняется в формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	не способен правильно выполнить задание

7.3. Контрольные задания и иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения по дисциплине (модулю).

Комплект заданий для проведения собеседования по темам учебной дисциплины
«Теоретические основы хроматографических методов анализа»

Тема 1. «Введение. Основные понятия и классификации»

1. Сущность хроматографического метода анализа.
2. Современное состояние метода, области применения, значение среди других аналитических методов.
3. Классификация хроматографических методов по режиму хроматографирования, агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат – сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз.
4. Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.

Тема 2. «Теоретические основы аналитической хроматографии»

1. Параметры удерживания. Время удерживания. Мертвое время. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания. Коэффициент распределения. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Основное уравнение хроматографирования.
2. Принципиальная схема хроматографа. Выбор условий хроматографического определения. Качественный и количественный анализ в хроматографии.
3. Подходы к идентификации веществ: использование индексов удерживания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов. Измерение высот и площадей пиков. Графическое, автоматическое измерение и расчет площади пиков разного вида.

4. Методы количественного анализа: внутренней нормализации, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта, метод добавок. Достоинства и недостатки методов, границы их применения. Источники ошибок, воспроизводимость результатов измерений.

Тема 3. «Газовая хроматография»

1. Общая характеристика метода. Теоретические основы метода. Аналитические возможности газо-адсорбционной (ГАХ) и газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ).
2. Аппаратура для газовой хроматографии. Устройства ввода проб в колонку. Хроматографические колонки. Насадочные колонки и их заполнение. Подготовка (кондиционирование) колонок. Капиллярные колонки и материалы для их изготовления. Термостаты. Блоки подготовки газов. Газы-носители.
3. Газо-жидкостная хроматография (ГЖХ). Механизм разделения веществ в ГЖХ. Требования к неподвижной жидкой фазе.
4. Классификация неподвижных фаз по полярности. Влияние природы и количества неподвижной жидкой на эффективность разделения. Методы нанесения неподвижной жидкости на твердый носитель.

Тема 4. «Жидкостная хроматография»

1. Методы и аппаратные особенности жидкостной хроматографии. Круг определяемых веществ. Классический вариант (низкого давления) и высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Аналитические характеристики ВЭЖХ.
2. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Системы ввода элюента и анализируемой пробы. Подготовка растворителей.
3. Требования к чистоте растворителей. Подготовка пробы. Насосы, колонки. Детекторы и их выбор: фотометрические, флуориметрические, рефрактометрические, электрохимические. Особенности идентификации компонентов сложной смеси в ВЭЖХ. Отечественные и зарубежные жидкостные хроматографы.
4. Применение в анализе органических и неорганических соединений. Ионообменная хроматография. Основные представления о механизме ионного обмена. Ионообменное равновесие.

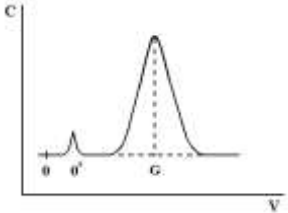
Тема 5. «Сверхкритическая флюидная хроматография»

1. Сущность метода. Флюид как элюент, его основные свойства (плотность, вязкость, коэффициент диффузии), достоинства и недостатки.
2. Вещества, применяемые в качестве подвижной фазы. Особенности проведения процесса и требования к аппаратному оформлению.
3. Колонки и детекторы, применяемые в СФХ. Примеры практического применения для аналитических целей, сравнение с газовой хроматографией и ВЭЖХ.

Тема 6. «Капиллярный электрофорез»

1. Несорбционные хроматографические методы. Основные принципы вариантов электросепарационных методов (капиллярный зонный электрофорез, капиллярный изотахофорез, капиллярный гель-электрофорез, капиллярное изоэлектрофокусирование, мицеллярная электрокинетическая хроматография и капиллярная электрохроматография).
2. Физико-химические основы методов.
3. Электроосмотический поток (ЭОП). Факторы, влияющие на направление и скорость ЭОП. Электрофоретическая подвижность ионов и влияющие на нее факторы.
4. Аппаратура. Детекторы. Области применения электросепарационных методов. Сравнение их с ВЭЖХ.

Таблица 9 - Примеры оценочных средств с ключами правильных ответов

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
ПК-3 Способен готовить объекты исследования (вещества синтетического и природного происхождения, материалы и пр.) и проводить их изучение по заданным методикам				
1.	Задания открытого типа	Как называется кривая изображенная на рисунке? Условия ее детектирования? 	Если поток газа-носителя, содержащий десорбированное вещество, проходит через чувствительный элемент прибора, фиксирующего мгновенное изменение концентрации вещества в газе (детектор), то на записывающем устройстве этого прибора получается кривая, называемая хроматографическим пиком или кривой элюирования.	2
2		Что такое время удерживания и из каких составляющие в него входят?	Время от момента ввода анализируемой пробы до регистрации максимума пика называют <i>временем удерживания</i> (элюирования) t_R (отрезок OG на графике). Время удерживания складывается из двух составляющих – времени пребывания вещества в подвижной и неподвижной фазах	2
3		Одна из основных задач газовой хроматографии состоит в том, чтобы получить хорошее разделение. Для оценки хроматографического разделения компонентов пользуются тремя группами критериев. Назовите компоненты первой группы критериев.	степень разделения α_{21} критерий селективности жидкой фазы K_C	1
4		Продолжите фразу: Если растворимость пробы выше в неподвижной фазе, то	время удерживания компонентов значительно возрастает	2

		...		
5		Продолжите предложение: Если растворимость пробы выше в подвижной фазе, то ...	время удерживания может быть близким к времени удерживания несорбируемого компонента	2
ПК-3 Способен готовить объекты исследования (вещества синтетического и природного происхождения, материалы и пр.) и проводить их изучение по заданным методикам				
1	Задания закрытого типа	Длина участка колонки, на которой достигается состояние равновесия между концентрацией вещества в подвижной и неподвижной фазах, называется: 1. высотой, эквивалентной теоретической тарелке 2. высотой вихревой диффузии 3. высотой Ван-Деемтера	1	1
2		В каких случаях вихревая диффузия уменьшается: 1. частицы твердого сорбента имеют одинаковые размеры и правильную форму 2. колонка плотно упакована 3. уменьшение толщины слоя жидкости на твердом носителе	1, 2	2
3		Какие тонкодисперсные пористые материалы в качестве адсорбентов применяют в жидкостной колоночной хроматографии: 1. SiO_2 2. Al_2O_3 3. Толуол 4. бензол	1, 2	1

4		В каких случаях используют метод нормировки с поправочным коэффициентом: 1. чувствительность детектора различна по отношению к разделяемым компонентам смеси 2. вещества, взятые в одинаковом количестве, дают одну и ту же площадь пика, независимо от их строения 3. экспериментальное определение зависимости высоты или площади пика от концентрации вещества	1	1
5		Какое преимущество газа-носителя в колонках без наполнителя по сравнению с заполненными пористыми материалами в трубках с той же величиной сечения: 1. неподвижная фаза фиксирована на внутренней стенке капилляра в виде гомогенной жидкой пленки 2. распределение скоростей в потоке вязкой среды в трубке круглого сечения имеет параболический характер 3. сопровождается меньшими энергетическими потерями	3	2
	Задание комбинированного типа	Какими тремя группами пользуются для разделения	1,2,3 Для оценки хроматографического	5

		компонентов в хроматографическом анализе. 1. Зависит от природы компонента 2. Эффективность хроматографической колонки 3. Различие в адсорбируемости или растворимости веществ 4. Летучесть органических растворителей 5. Дайте характеристик у всем трем методам	разделения компонентов пользуются тремя группами критериев: Первая группа критериев зависит от природы сорбента и сорбата, от температуры колонки и характеризует качество разделения в зависимости от различия адсорбируемости или растворимости разделяемых веществ. К критериям этой группы относятся степень разделения α_21 и критерий селективности жидкой фазы КС. Вторая группа критериев характеризует эффективность хроматографической колонки и выражается числом теоретических тарелок или высотой, эквивалентной теоретической тарелке. Третья группа критериев учитывает как различие в адсорбируемости или растворимости, так и размывание хроматографических полос. Это так называемые обобщённые критерии.	
--	--	--	--	--

7.4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности

Таблица 10 – Технологическая карта рейтинговых баллов по дисциплине (модулю)

№ п/п	Контролируемые мероприятия	Максимальное количество баллов	Срок предоставления
Основной блок			
1.	Собеседование по теме «Введение. Основные понятия и классификации»	10	по расписанию
2.	Собеседование по теме «Теоретические основы аналитической хроматографии»	20	по расписанию
3.	Собеседование по теме «Газовая хроматография»	20	по расписанию
4.	Собеседование по теме «Жидкостная хроматография»	20	по расписанию
5.	Собеседование по теме «Сверхкритическая флюидная хроматография»	20	по расписанию
6.	Собеседование по теме «Капиллярный электрофорез»	10	по расписанию
Всего		100	

Таблица 11 – Система штрафов (для одного занятия)

Показатель	Балл
Опоздание на занятие	5
Нарушение учебной дисциплины	10
Неготовность к занятию	10
Пропуск занятия без уважительной причины	20

Таблица 12 – Шкала перевода рейтинговых баллов в итоговую оценку за семестр по дисциплине (модулю)

Сумма баллов	Оценка по 4-балльной шкале	
90-100	5 (отлично)	Зачтено
85-89	4 (хорошо)	
75-84		
70-74		
65-69	3 (удовлетворительно)	
60-64		
Ниже 60	2 (неудовлетворительно)	Не зачтено

8. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

8.1. Основная литература:

Нанокремний: свойства, получение, применение, методы исследования и контроля [Электронный ресурс] / Ищенко А.А., Фетисов Г.В., Асланов Л.А. - 2-е издание, исправленное. - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2011. Режим доступа:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785922113694.html>

8.2. Дополнительная литература:

Технология полимеров медико-биологического назначения. Полимеры природного происхождения [Электронный ресурс]: учебное пособие / М. И. Штильман - 2-е изд. (эл.). - М.: БИНОМ, 2016. Режим доступа:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785932081983.html>

3. Химия биологически активных веществ и жизненных процессов [Электронный ресурс]: учебное пособие / Антипа Е.В. - Иваново : Иван. гос. хим.-технол. ун-т., 2015. Режим доступа:

http://www.studentlibrary.ru/book/ghu_023.html

8.3. Интернет-ресурсы, необходимые для освоения дисциплины (модуля)

Электронная библиотека «Астраханский государственный университет» собственной генерации на платформе ЭБС «Электронный Читальный зал – БиблиоТех» <https://biblio.asu.edu.ru>

Учетная запись образовательного портала АГУ

Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента». Многопрофильный образовательный ресурс «Консультант студента» является электронной библиотечной системой, предоставляющей доступ через сеть Интернет к учебной литературе и дополнительным материалам, приобретенным на основании прямых договоров с правообладателями. Каталог в настоящее время содержит около 15000 наименований.

www.studentlibrary.ru. Регистрация с компьютеров АГУ

9. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Рабочая программа дисциплины (модуля) при необходимости может быть адаптирована для обучения (в том числе с применением дистанционных образовательных технологий) лиц с ограниченными возможностями здоровья, инвалидов. Для этого требуется заявление обучающихся, являющихся лицами с ограниченными возможностями здоровья, инвалидами,

или их законными представителями и рекомендации психолого-медико-педагогической комиссии. Для инвалидов содержание рабочей программы дисциплины (модуля) может определяться также в соответствии с индивидуальной программой реабилитации инвалида (при наличии)

Аудитория № 123 – лаборатория общей химии и химии высокомолекулярных соединений, (учебный корпус № 2). Столы – 8 шт. Стулья – 17 шт. Доска – 1 шт. Вытяжной шкаф – 1 шт. Плитка электрическая – 4 шт. Штатив с зажимами для бюреток - 2 шт. Бюретки – 2 шт. Спектрофотометр ПЭ5400 – 1 шт. Центрифуга – 1 шт. Термостат с ванночкой – 1 шт.