

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

Ю.А. Очередко

«31» августа 2023_ г.

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой Химии

Джигола Л.А.

«_31_» _августа__ 2023 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Хроматография в современной химии

Составитель

Шакирова В.В., доцент, к.х.н., доцент

Направление подготовки

04.04.01 ХИМИЯ

Направленность (профиль) ОПОП

НЕФТЕХИМИЯ

Квалификация (степень)

магистр

Форма обучения

очно-заочная

Год приема

2023

Курс

1

Семестр

2

Астрахань – 2023

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1. Цель освоения дисциплины: формирование представлений о теоретических основах хроматографических методов, о многообразии хроматографических методов и решаемых аналитических задач при их использовании в профессиональной научно-исследовательской, педагогической и производственной деятельности.

1.2. Задачи освоения дисциплины:

- ознакомление с теоретическими подходами к описанию хроматографического процесса и выбором условий хроматографирования при применении различных видов хроматографии; с физико-химическими основами разделения в адсорбционной, распределительной, ионообменной, химической, аффинной видах хроматографии;
- формирование представлений об основных характеристиках хроматограмм и критериях разделения веществ, о факторах, определяющих селективность и эффективность разделения;
- ознакомление с отечественной и зарубежной аппаратурой (хроматографы, интерфейсы, дополнительными аналитическими системами в гибридных методах);
- применение полученных теоретических знаний и практических навыков при обработке результатов качественного и количественного анализа для выполнения индивидуальных заданий и научно-исследовательских работ.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП

2.1. Учебная дисциплина «Хроматография в современной химии» относится к элективным дисциплинам.

Дисциплины базируется на знаниях по физике, физической, аналитической, неорганической, органической химии.

Дисциплина встраивается в структуру ОПОП как с точки зрения преемственности содержания, так и с точки зрения непрерывности процесса формирования компетенций выпускника. Для успешного освоения данного курса студенты должны обладать следующими «входными» знаниями, умениями и готовностями: знать основы хроматографических методов, полученные в ходе изучения дисциплины «Аналитическая химия» и «Физико-химические методы анализа», способы выражения концентрации растворов, уметь переходить от одного вида концентрации к другому, проводить полную статистическую обработку результатов анализа, оценивать правильность полученных результатов, строить градуировочный график и вычислять его параметры.

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

-Аналитическая химия, Физическая химия, Органическая химия, Физико-химические методы исследования веществ.

Знания: методических основ планирования хроматографического эксперимента и практической его реализации исследований в области органического и нефтехимического синтеза, экологии, в анализе продуктов питания, в агрохимии, в медицинской химии.

Умения: выполнять экспериментальные процедуры хроматографического анализа, модернизировать известные хроматографические методики для решения конкретных аналитических задач, пользоваться учебной, научной и справочной литературой в области хроматографических методов исследования состава сложных смесей.

Навыки: экспериментальных методик хроматографического анализа различных соединений.

2.3. Перечень последующих учебных дисциплин, для которых необходимы знания, умения и навыки, формируемые данной учебной дисциплиной:

- Изучение сорбционных процессов
- Способы очистки экосистем
- Химико-аналитический контроль в нефтехимии.

3. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Процесс освоения дисциплины направлен на формирование элементов следующих компетенций в соответствии с ФГОС ВО и ОПОП ВО по данному направлению подготовки:

б) ОПК-1 Способен выполнять комплексные экспериментальные и расчетно-теоретические исследования в избранной области химии или смежных наук с использованием современных приборов, программного обеспечения и баз данных профессионального назначения.

в) ПК-1 Способен проводить сбор, анализ и обработку литературных данных для решения поставленной задачи в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

Таблица 1- Декомпозиция результатов обучения

Код и наименование компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине		
	Знать	Уметь	Владеть
ОПК-1 Способен выполнять комплексные экспериментальные и расчетно-теоретические исследования в избранной области химии или смежных наук с использованием современных приборов, программного обеспечения и баз данных профессионального назначения.	ИОПК-1.1.1 теоретические основы хроматографических методов анализа ИОПК-1.1.2 аппаратное оформление хроматографического метода и особенности эксплуатации хроматографических систем ИОПК-1.1.3 методы калибровки и метрологические основы хроматографических измерений.	ИОПК-1.2.1 использовать современное оборудование для решения задач в хроматографическом исследовании. ИОПК-1.2.2 описывать хроматограммы и оценивать качество хроматографического разделения ИОПК-1.2.3 проводить качественный и количественный анализ в хроматографии	ИОПК-1.3.1 методами калибровки и приемами повышения чувствительности хроматографических определений ИОПК-1.3.2 обработкой хроматографических данных и методами идентификации хроматографических пиков ИОПК-1.3.3 техникой работы с устройствами, используемыми в хроматографии
ПК-1 Способен проводить сбор, анализ и обработку литературных данных для решения поставленной задачи в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией наук	ИПК-1.1.1 основные этапы работы с литературными источниками и возможные в области хроматографического исследования ИПК-1.1.2 возможные пути поиска данных с применением информационных технологий (поисковых систем, специализированных библиотек и баз данных в области хроматографии	ИПК-1.2.1 пользоваться бумажными, электронными и интернет-версиями баз данных РЖХим, Chemical Abstract, Scopus; Web of Science ИПК-1.2. анализировать источники литературы для решения теоретических и практических задач хроматографического исследования	ИПК-1.3.1 навыками сбора информации и анализа научной литературы, в том числе с использованием современных информационных технологий ИПК-1.3.2 методами обработки результатов анализа с использованием стандартного и оригинального программного обеспечения, современных баз данных

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Объем дисциплины» составляет 2 зачетные единицы, в том числе 72 часа, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем из них 10 часов - лабораторные работы и 62 часов на самостоятельную работу обучающихся.

Таблица 2 - Структура и содержание дисциплины

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Семестр	Контактная работа (в часах)			Самост. работа		Формы текущего контроля успеваемости, форма промежуточной аттестации (по семестрам)
		Л	ПЗ	ЛР	КР	СР	
Тема 1. Хроматографические методы анализа. Сущность, история, современное состояние	2			2		10	Дискуссия
Тема 2. Теоретические основы хроматографии. Количественные характеристики. Теории хроматографии				3		10	Устный опрос. Тест
Тема 3. Газовая хроматография. Принцип метода. Основные варианты.				3		10	Отчет по лабораторной работе. Решение задач.
Тема 4. Жидкостная хроматография. Принцип метода. Аппаратура. Варианты				3		19	Отчет по лабораторной работе. Реферат.
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография и электрофорез в анализе.				2		10	Контрольная работа
Итого				13		59	Экзамен

Условные обозначения: Л – занятия лекционного типа; ПЗ – практические занятия, семинары, ЛР – лабораторные работы; КР – курсовая работа; СР – самостоятельная работа по отдельным темам.

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

Разделы, тема дисциплины	Кол-во часов	Код компетенции		Общее количество компетенций
		ОПК-1	ПК-1	
Тема 1. Хроматографические методы анализа. Сущность, история, современное состояние	12	+		1
Тема 2. Теоретические основы хроматографии. Количественные характеристики. Теории хроматографии	12	+		1
Тема 3. Газовая хроматография. Принцип метода. Основные варианты.	14		+	1
Тема 4. Жидкостная хроматография. Принцип метода. Аппаратура. Варианты	23	+	+	2
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография и электрофорез в анализе.	11	+		1
Итого	72	+	+	2

Краткое содержание дисциплины

ТЕМА 1. Хроматографические методы анализа. Сущность, история, современное состояние. Классификация хроматографических методов (общий обзор). Характеристика неподвижных и подвижных фаз в хроматографии. Классификация сорбентов. Сущность хроматографического метода. История его возникновения. Современное состояние метода и области применения, значение и место среди других аналитических методов. Режим хроматографических процессов: фронтальный, вытеснительный, элюентный. Классификация хроматографических методов по агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат-сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз.

ТЕМА 2. Теоретические основы хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса. Коэффициент распределения, удерживаемый объем и время удерживания, коэффициент емкости, селективность и эффективность, коэффициент разделения. Разрешение в хроматографии, концепция теоретических тарелок.

Изотермы сорбции, зависимость формы пика от вида изотермы сорбции. Хроматографические размывания («хвосты»). Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в неподвижной и подвижной фазах). Выбор параметров хроматографического определения. Идентификация веществ, количественный анализ, методы количественного анализа.

Теория равновесной хроматографии. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с коэффициентом распределения и изотермой сорбции. Зависимость формы хроматографического пика от вида изотермы сорбции.

Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в подвижной и неподвижной фазах). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Принципиальная схема хроматографа. Выбор параметров хроматографического определения. Идентификация веществ. Количественный анализ. Измерение площадей и высот пиков. Методы внутреннего и внешнего стандартов. Источники ошибок, воспроизводимость измерений.

ТЕМА 3. Газовая хроматография (ГХ). Принцип метода. Теоретические основы метода. Определяемые вещества. Основные аналитические характеристики. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография. Аппаратура для газовой хроматографии. Хроматографические колонки, термостаты, детекторы. Классификация детекторов и их важнейшие характеристики (линейность, чувствительность, отношение сигнал/шум, предел обнаружения). Программирование температуры.

Газы-носители, адсорбенты и неподвижные фазы и требования к ним. Модифицирование носителей. Реакционная газовая хроматография. Высокоэффективная капиллярная хроматография. Примеры применения.

Качественный газо-хроматографический анализ. Идентификация веществ на основе величины удерживания. Метод тестеров. Индексы удерживания Ковача. Источники погрешностей при их определении. Методика количественной газовой хроматографии.

ТЕМА 4. Жидкостная хроматография. Принцип метода. Определяемые вещества. Аналитические характеристики современной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Аппаратура для жидкостной хроматографии. Жидкостные хроматографы (колоночные, капиллярные). Насосы. Вводы проб. Колонки. Детекторы и их выбор. Подготовка пробы.

Адсорбционная хроматография. Основные представления о механизме жидкостной адсорбционной хроматографии (ЖАХ): роль химии поверхности адсорбента и природы жидкой подвижной фазы.

Ионообменная хроматография. Сущность метода. Основные представления о механизме ионного обмена.

Ионная хроматография. Основы ионной хроматографии (ИХ). Сорбенты, требования к ним. Синтез сорбентов. Элюенты. Состав и элюирующая способность.

Ион-парная хроматография. Сущность метода. Нормально-фазовая и обращенно-фазовая ион-парная хроматография. Механизмы удерживания в ион-парной хроматографии. Выбор условий определения. Применение в анализе органических и неорганических соединений.

Эксклюзионная хроматография. Сущность метода. Особенности механизма удерживания молекул. Области применения.

Лигандообменная хроматография. Сущность метода. Сорбенты и подвижные фазы для разделения аминов и аминокислот.

Жидкость-жидкостная (распределительная) хроматография. Основы метода. Коэффициент распределения, факторы, влияющие на его величину. Носители, неподвижные фазы, требования к ним. Подвижные фазы.

Тонкослойная и бумажная хроматография. Теоретические основы методов. Величина R_f , ее связь с коэффициентом распределения. Методы определения этой величины. Факторы, на нее влияющие. Бумага для хроматографии, подложки, сорбенты для тонкослойной хроматографии (ТСХ). Растворители для бумажной и тонкослойной хроматографии.

ТЕМА 5. Сверхкритическая флюидная хроматография и электрофорез в анализе. Сущность метода. Сверхкритические флюиды, основные их свойства (плотность, вязкость, коэффициент диффузии). Колонки для сверхкритической флюидной хроматографии. Области применения. Сравнение методов ВЭЖХ, газовой и сверхкритической флюидной хроматографии. Методы обработки электрофореграмм.

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

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

Лекционные и семинарские занятия не предусмотрены в данном курсе.

Приступая к изучению новой учебной дисциплины, студенты должны ознакомиться с учебной программой, учебной, научной и методической литературой, получить в библиотеке рекомендованные учебники и учебно-методические пособия, завести новую тетрадь для работы с первоисточниками.

Готовясь к устному опросу, обращаться за методической помощью к преподавателю. Составить план-конспект своего выступления. В ходе занятия внимательно слушать выступления своих однокурсников. При необходимости задавать им уточняющие вопросы. Принимать активное участие в обсуждении учебных вопросов: выступать с докладами, рефератами, обзорами научных статей, отдельных публикаций периодической печати, касающихся содержания темы семинарского занятия. В ходе своего выступления использовать технические средства обучения, доску и мел. С целью более глубокого усвоения изучаемого материала задавать вопросы преподавателю. После подведения итогов устранить недостатки, отмеченные преподавателем.

При подготовке к экзамену (в конце семестра) повторять пройденный материал в строгом соответствии с учебной программой, примерным перечнем учебных вопросов, выносящихся на зачет и содержащихся в данной программе. Использовать литературу, рекомендованную преподавателем. Обратит особое внимание на темы учебных занятий, пропущенных студентом по разным причинам. При необходимости обратиться за консультацией и методической помощью к преподавателю.

Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучаю-

щихся:

1. Пентин, Юрий Андреевич. Физические методы исследования в химии : Доп. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - М. : Мир, 2003. - 683 с. - (Методы в химии). - ISBN 5-03-003470-6: 377-00, 379-63, 205-26 : 377-00, 379-63, 205-26.
2. Васильев, В.П. Аналитическая химия. В 2-х кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа : Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - 4-е изд. ; стереотип. - М. : Дрофа, 2004. - 384 с. : ил. - (Высшее образование). - ISBN 5-7107-8746-9 (кн. 2): 67-83, 134-00 : 67-83, 134-00.
3. Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. М. : ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 656 с. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html> (ЭБС «Консультант студента»)

Программное обеспечение и информационные справочные системы:

1. Серов Ю.М. Хроматографические методы анализа: учеб. пособие / Ю.М. Серов, В.Ю. Конюхов, А.Ю. Крюков, З.В. Псху, К.Н. Жаворонкова. - М. : Издательство РУДН, 2011. - 218 с. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html> (ЭБС «Консультант студента»)
2. Васюкова А.Т., Аналитическая химия. Учебник для бакалавров. М. : Дашков и К, 2019. - 156 с. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785394028373.html> (ЭБС «Консультант студента»)

Лицензионное программное обеспечение

<i>Наименование программного обеспечения</i>	<i>Назначение</i>
<i>Платформа дистанционного обучения LMS Moodle</i>	<i>Виртуальная обучающая среда</i>

5.2. Указания для обучающихся по освоению дисциплины

Таблица 4 - Содержание самостоятельной работы обучающихся

Вопросы, выносимые на самостоятельное изучение	Кол-во часов	Формы работы
Тема 1. Классификация хроматографических методов (общий обзор). Характеристика неподвижных и подвижных фаз в хроматографии. Классификация сорбентов. История возникновения метода. Современное состояние метода и области применения, значение и место среди других аналитических методов.	10	Подготовка к дискуссии по вопросам.
Тема 2. Выбор параметров хроматографического определения. Идентификация веществ. Количественный анализ. Измерение площадей и высот пиков. Методы внутреннего и внешнего стандартов. Источники ошибок, воспроизводимость измерений.	10	Подготовка к устному опросу по вопросам. Тестирование
Тема 3. Аппаратура для газовой хроматографии. Хроматографические колонки, термостаты, детекторы. Классификация детекторов и их важнейшие характеристики (линейность, чувствительность, отношение сигнал/шум, предел обнаружения). Программирование температуры. Методика количественной газовой хроматографии. Хромато-масс-спектрометрия. Области применения.	10	Оформление отчета по лабораторной работе. Решение задач
Тема 4. Адсорбционная хроматография. Нормально-фазовая ЖАХ на силикагеле. Модели удерживания и типы взаимодействия сорбата с поверхностью сорбента. Роль воды. Области применения нормально-фазовой ЖАХ. Ионообменная хроматография. Ионный обмен в колонках. Применение в анализе. Определение общей солевой концентрации, концентрирование примесей из разбавленных растворов. Разделе-	19	Оформление отчета по лабораторной работе. Написание реферата

ние элементов с близкими химическими свойствами и аминокислот. Ион-парная хроматография. Сущность метода		
Тема 5. Области применения. Сравнение методов ВЭЖХ, газовой и сверхкритической флюидной хроматографии. Методы обработки электрофореграмм.	10	Выполнение контрольной работы

5.3. Виды и формы письменных работ, предусмотренных при освоении дисциплины, выполняемые обучающимися самостоятельно. В качестве письменных работ предлагается реферат, отчет по лабораторным работам, самостоятельное решение задач.

Методические указания по написанию реферата

1.Формулирование темы. Тема должна быть не только актуальной по своему значению, но оригинальной, интересной по содержанию. Тема реферата выбирается по желанию студента из списка, предлагаемого преподавателем. Выбранная тема согласовывается с преподавателем. Тема может быть сформулирована студентом самостоятельно.

2.Подбор и изучение основных источников по теме (как правило, не менее 8- 10). Составление библиографии.

3.Разработка плана реферата. План реферата должен быть авторским. В нем проявляется подход автора, его мнение, анализ проблемы.

4.Написание реферата.

5.Публичное выступление с результатами исследования.

Содержание работы должно отражать

- знание современного состояния проблемы;
- обоснование выбранной темы;
- использование известных результатов и фактов;
- полноту цитируемой литературы, ссылки на работы ученых, занимающихся данной проблемой;
- актуальность поставленной проблемы;
- материал, подтверждающий научное, либо практическое значение в настоящее время.

План реферата должен включать в себя: введение, основной текст и заключение. Во введении аргументируется актуальность выбранной темы, указываются цели и задачи исследования. В нем же можно отразить методику исследования и структуру работы. Основная часть работы предполагает освещение материала в соответствии с планом. Основной текст желательно разбивать на главы и параграфы. В заключении излагаются основные выводы и рекомендации по теме исследования.

Все приводимые в реферате факты и заимствованные соображения должны сопровождаться ссылками на источник информации. Недопустимо просто скопировать реферат из кусков заимствованного текста. Все цитаты должны быть представлены в кавычках с указанием в скобках источника и страницы.

Текст реферата необходимо набирать на компьютере на одной стороне листа. Размер левого поля 30 мм, правого - 15-20 мм, верхнего – 20 мм, нижнего – 20 мм. Шрифт – Times New Roman, размер – 14, межстрочный интервал – 1,5. Фразы, начинающиеся с новой строки, печатаются с абзацным отступом от начала строки (1,25 см).

Реферат, выполненный небрежно, неразборчиво, без соблюдения требований по оформлению возвращается студенту без проверки с указанием причин возврата на титульном листе.

Защита тематического реферата может проводится на выделенном одном занятии в рамках часов учебной дисциплины или конференции или по одному реферату при изучении соответствующей темы, либо по договоренности с преподавателем. Защита реферата студентом предусматривает доклад по реферату не более 5-7 минут, ответы на вопросы оппонента. На защите запрещено чтение текста реферата. Общая оценка за реферат вы-

ставляется с учетом оценок за работу, доклад, умение вести дискуссию и ответы на вопросы.

При оценивании реферативной работы будут учитываться следующие пункты: знание и понимание проблемы; умение систематизировать и анализировать материал, четко и обоснованно формулировать выводы; «трудозатратность» (объем изученной литературы, добросовестное отношение к анализу проблемы); самостоятельность, способность к определению собственной позиции по проблеме и к практической адаптации материала, недопустимость (!) прямого плагиата; выполнение необходимых формальностей (точность в цитировании и указании источника текстового фрагмента, аккуратность оформления).

Методические указания по написанию отчета по лабораторной работе

1. Цель и задачи исследования.
2. Краткое описание эксперимента: способы, методы, методики исследования и теоретические положения.
3. Законы, положения, математический аппарат, уравнения реакций. Результаты исследования и расчеты (уравнения должны быть приведены в общем виде и с подставленными данными). Результаты исследования и расчетов должны быть сведены в соответствующие таблицы. Статистическая обработка данных.
4. Графическая обработка экспериментальных данных: графики и схемы должны выполняться только на миллиметровой бумаге. На ось ординат наносится функция, на ось абсцисс – аргумент с указанием единиц измерения. На осях наносится шкала согласно выбранному масштабу. Единицы масштаба должны быть выбраны в соответствии точности отсчета при эксперименте. Координаты экспериментальной точки наносятся только на плоскости и отмечаются точкой. По экспериментальным точкам проводится усредняющая кривая. Выпавшие точки не используются, но показываются. На листе, где выполнен график, должны быть указаны наименование графика (под графиком), условия, сноски. Экспериментальные данные для построения градуировочного графика обрабатываются по методу наименьших квадратов.
5. Анализ экспериментально полученных зависимостей.
6. Выводы.

Работа считается выполненной, если приведены все необходимые расчеты, построены изучаемые зависимости, приведены все структурные формулы изучаемых веществ и образуемых соединений, сделаны соответствующие выводы.

Методические рекомендации к решению задач

Примеры решения типовых задач

Задача №1. Через колонку с катионитом в H^+ – форме пропустили 20.00 мл раствора KCl . Элюат оттитровали 15.00 мл 0.1 М раствора $NaOH$. Определить содержание KCl в анализируемом растворе.

Решение. При пропускании через катионит в H^+ – форме раствора KCl в результате ионообменной реакции ($RH + KCl \rightleftharpoons RK + HCl$) в элюате появляется соляная кислота, количество которой эквива-

лентно количеству соли, т.е. $(C_H \cdot V)_{HCl} = (C_H \cdot V)_{KCl}$. При титровании кислоты раствором щелочи справедливо равенство:

$(C_H \cdot V)_{HCl} = (C_H \cdot V)_{NaOH}$ или $(C_H \cdot V)_{KCl} = (C_H \cdot V)_{NaOH}$. Тогда, содержа-

ние KCl в анализируемом растворе рассчитывают следующим образом:

$$m(KCl) = (C_H \cdot V)_{NaOH} \cdot M_{\text{Э}}(KCl) = 15 \cdot 0.1 \cdot 74.5 = 118.8 \text{ мг} = 0.1188 \text{ г.}$$

$$M_{\text{Э}}(KCl) = 74.5 \text{ г/моль экв.}$$

Задача №2. Какая масса $\text{Co}(2+)$ останется в растворе, если через колонку, заполненную 5 г катионита в H^+ – форме, пропустили 200.0 мл 0.1 н раствора CoCl_2 . Полная динамическая емкость катионита равна 1.60 мэкв/г.

Решение. 1. Рассчитаем количество миллимоль эквивалентов Co^{2+} – ионов, пропущенных через колонку с катионитом:

$$n_1 = (C_{\text{H}} \cdot V)_{\text{Co}^{2+}} = 0.1 \cdot 200 = 20 \text{ (мэкв)}.$$

2. Количество миллимоль эквивалентов Co^{2+} – ионов, поглощенных 5 г катионита вычисляем из формулы:

$$\text{Д О Е} = \frac{n}{m(\text{ионита})} \left(\frac{\text{мэкв}}{\text{г}} \right); n_2 = 1.6 \cdot 5 = 8 \text{ (мэкв)}$$

3. Количество миллимоль эквивалентов Co^{2+} – ионов, оставшихся в растворе, равно:

$$n_3 = n_1 - n_2 = 20 - 8 = 12 \text{ (мэкв)}.$$

4. Масса Co^{2+} – ионов, оставшихся в растворе, составляет:

$$m(\text{Co}^{2+}) = n_3 \cdot M_{\text{Co}^{2+}} = 12 \cdot 29.47 = 353.60 \text{ мг} = 0.3536 \text{ г}.$$

$$M_{\text{Co}^{2+}} = M(\text{Co}^{2+}) \cdot f_{\text{экв}} = 58.93 \cdot 1/2 = 29.47 \text{ (г/моль экв)}.$$

Задача №3. Для определения полной динамической емкости (ПДОЕ) катионита через колонку с 5 г катионита в H^+ – форме пропустили 350.0 мл 0.05 н раствора CaCl_2 . При определении $\text{Ca}(2+)$ в элюате в порциях по 50.00 мл были получены следующие значения концентраций: 0.0030; 0.0080; 0.0150; 0.0250; 0.0400; 0.0500 и 0.0500 моль экв/л. Определить ПДОЕ катионита по кальцию.

Решение. 1. Вычислим количество миллимоль эквивалентов Ca^{2+} – ионов, пропущенных через катионит:

$$n_1 = (C_{\text{H}} \cdot V)_{\text{Ca}^{2+}} = 350 \cdot 0.05 = 17.50 \text{ (мэкв)}.$$

2. Рассчитаем количество миллимоль эквивалентов Ca^{2+} – ионов, содержащихся в элюате:

$$n_2 = \sum_{i=1}^n (C_{\text{H}} \cdot V)_i, \text{т.е.}$$

$$n_2 = 0.003 \cdot 50 + 0.008 \cdot 50 + 0.015 \cdot 50 + 0.025 \cdot 50 + 0.04 \cdot 50 + 0.05 \cdot 50 = 10.90 \text{ (мэкв)}.$$

3. Количество миллимоль эквивалентов Ca^{2+} – ионов, поглощенных катионитом, равно:

$$n_3 = n_1 - n_2 = 17.50 - 10.90 = 6.6 \text{ (мэкв)}.$$

4. Полная динамическая емкость катионита составляет:

$$\text{П Д О Е} = \frac{n_3}{m(\text{ионита})} = \frac{6.60}{5} = 1.32 \text{ (мэкв/г)}.$$

Задача №4. Определить массовую долю (%) метана и этана в газовой смеси, если площади хроматографических пиков и поправочные коэффициенты этих компонентов равны, соответственно: 80 мм² и 1.23 мм², 40 мм² и 1.15 мм².

Решение. Массовую долю компонента ω_i (%) в методе внутренней нормализации рассчитывают по формуле:

$$\omega_i(\%) = \frac{K_i \cdot S_i}{\sum_{i=1}^n K_i \cdot S_i} \cdot 100$$

$$\text{Тогда, } \omega(\text{метана}) = \frac{1.23 \cdot 80}{1.23 \cdot 80 + 1.15 \cdot 40} \cdot 100 = 68.14 (\%)$$

$$\omega(\text{этана}) = \frac{1.15 \cdot 40}{1.23 \cdot 80 + 1.15 \cdot 40} \cdot 100 = 31.86 (\%)$$

Следует заметить, что при правильном расчете суммарное содержание определяемых компонентов в газовой смеси составляет 100%:

$$68.14 + 31.86 = 100 (\%)$$

Задача №5. Реакционную массу 12.7500 г после нитрования толуола проанализировали методом газо-жидкостной хроматографии с применением этилбензола в качестве внутреннего стандарта в

количестве 1.2500 г. Определить массовую долю (%) непрореагировавшего толуола по следующим данным:

Компонент	Толуол	Этилбензол
Площадь пика, мм ²	307	352
Поправочный коэффициент	1.01	1.02

Решение. В методе внутреннего стандарта массовую долю компонента (ω) рассчитывают по формуле:

$$\omega_i (\%) = \frac{K_i \cdot S_i}{K_{\text{ст.}} \cdot S_{\text{ст.}}} \cdot \frac{m_{\text{ст.}}}{m_{\text{пр.}}} \cdot 100 (\%)$$

где K_i и $K_{\text{ст.}}$ – поправочные коэффициенты определяемого компонента и внутреннего стандарта;

S_i и $S_{\text{ст.}}$ – площади хроматографических пиков определяемого компонента и внутреннего стандарта;

$m_{\text{ст.}}$ – массы внутреннего стандарта, г.

$m_{\text{пр.}}$ – масса анализируемой пробы, г.

$$\text{Тогда, } \omega (\text{толуола}) = \frac{1.01 \cdot 307}{1.02 \cdot 352} \cdot \frac{1.25}{12.75} \cdot 100 = 8.47 (\%)$$

Задача №6. При идентификации аминокислот в концентрате из белкового гидролизата фронт растворителя (смесь н-бутанола, уксусной кислоты и воды) переместился от центра хроматографической бумаги на 55 мм. После опрыскивания хроматограммы раствором нингидрина получили три синих концентрических кольца с центрами, удаленными от стартовой линии на 20, 25 и 45 мм. В идентичных условиях хроматографировали растворы аминокислот и получили следующие коэффициенты подвижности: аспарагиновая кислота – 0,24, глутаминовая кислота – 0,36, лизин – 0,46, валин – 0,64, аланин – 0,82, тирозин – 0,90. Какие аминокислоты содержатся в концентрате из белкового гидролизата?

Решение. 1. Вычислим значения R_f для компонентов смеси:

$$R_f = \frac{l_i}{L},$$

где l_i – расстояние от стартовой линии до центра пятна, L – расстояние, пройденное растворителем от стартовой линии до границы фронта растворителя.

$$R_{f,1} = \frac{20}{55} = 0,36; \quad R_{f,2} = \frac{25}{55} = 0,46; \quad R_{f,3} = \frac{45}{55} = 0,81;$$

Сравним рассчитанные значения R_f с величинами, полученными для аминокислот. Наиболее близкие значения соответствуют глутаминовой кислоте, лизину и аланину.

6. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ И ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки реализация компетентностного подхода предусматривает использование в учебном процессе активных и интерактивных форм проведения занятий. (компьютерных симуляций и пр.) в сочетании с внеаудиторной работой с целью формирования и развития требуемых компетенций обучающихся. Возможно применение электронного обучения и дистанционных образовательных технологий.

6.1. Образовательные технологии

В учебном процессе применяются групповые обсуждения при устном опросе, анализ ситуаций и имитационных моделей при заслушивании рефератов. На лабораторных занятиях работа в парах и малых группах.

Учебные занятия по дисциплине могут также проводиться с применением информационно-телекоммуникационных сетей при опосредованном (на расстоянии) интерактивном взаимодействии обучающихся и преподавателя в режимах on-line и/или off-line в формах: видеолекций, видеоконференции (с использованием платформы Zoom), собеседования в режиме чат, форума, чата, выполнения виртуальных практических работ и др.

Таблица 5 – Образовательные технологии, используемые при реализации учебных занятий

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Форма учебного занятия		
	Лекция	Практическое занятие, семинар	Лабораторная работа
Тема 1. Хроматографические методы анализа. Сущность, история, современное состояние	<i>Не предусмотрено</i>	<i>Не предусмотрено</i>	Фронтальный опрос
Тема 2. Теоретические основы хроматографии. Количественные характеристики. Теории хроматографии	<i>Не предусмотрено</i>	<i>Не предусмотрено</i>	Фронтальный опрос. Тестирование
Тема 3. Газовая хроматография. Принцип метода. Основные варианты.	<i>Не предусмотрено</i>	<i>Не предусмотрено</i>	Работа в парах, при выполнение лабораторных работ. Анализ ситуаций и решение задач при сдаче лабораторной работы
Тема 4. Жидкостная хроматография. Принцип метода. Аппаратура. Варианты	<i>Не предусмотрено</i>	<i>Не предусмотрено</i>	Работа в парах, при выполнение лабораторных работ. Анализ ситуаций при заслушивании рефератов
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография и электрофорез в анализе.	<i>Не предусмотрено</i>	<i>Не предусмотрено</i>	Контрольная работа

6.2. Информационные технологии

- применяются возможности Интернета в учебном процессе (возможностей электронной почты преподавателя (рассылка заданий, предоставление выполненных работ, ответы на вопросы, ознакомление учащихся с оценками и т.д.))

- при реализации различных видов учебной и внеучебной работы используются следующие информационные технологии: виртуальная обучающая среда (или система управления обучением LMS Moodle «Электронное образование») или иные информационные системы, сервисы и мессенджеры

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

6.3.1. Программное обеспечение

- Лицензионное программное обеспечение

Наименование программного обеспечения	Назначение
Платформа дистанционного обучения LMS Moodle «Электронное образование»	Виртуальная обучающая среда

6.3.2. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

Электронная библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента»: www.studentlibrary.ru

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

7.1. Паспорт фонда оценочных средств

При проведении текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине (модулю) «Хроматография в современной химии» 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 содержания 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. Хроматографические методы анализа. Сущность, история, современное состояние	ОПК-1	Дискуссия
Тема 2. Теоретические основы хроматографии. Количественные характеристики. Теории хроматографии	ОПК-1	Устный опрос. Тест
Тема 3. Газовая хроматография. Принцип метода. Основные варианты.	ПК-1	Отчет по лабораторной работе. Решение задач.
Тема 4. Жидкостная хроматография. Принцип метода. Аппаратура. Варианты	ОПК-1, ПК-1	Отчет по лабораторной работе. Реферат.
Тема 5. Сверхкритическая флюидная хроматография и электрофорез в анализе.	ОПК-1	Контрольная работа

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 (для лабораторных работ)

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, испытывает затруднения и допускает ошибки при выполнении заданий, выполняет задание по подсказке преподавателя, затрудняется в формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	не способен правильно выполнить задания

7.3. Контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения по дисциплине

ТЕМА 1. Хроматографические методы анализа. Сущность, история, современное состояние

Темы для дискуссий

1. Исторические аспекты и предпосылки развития хроматографических методов
2. Актуальные проблемы количественного определения и идентификации в аналитической химии
3. Современное состояние развития хроматографии
4. Сферы применения хроматографических методов
5. Современное оборудование и аппаратура в хроматографии

ТЕМА 2. Теоретические основы хроматографии. Основные характеристики хроматографического процесса

Вопросы для устного опроса

1. На каком принципе основаны хроматографические методы разделения?
2. Классификация хроматографических методов.
3. В чем отличие распределительной хроматографии от адсорбционной?
4. Какова история открытия метода хроматографии? Эксперимент М.С. Цвета?
5. Каково определение хроматограммы?
6. Каковы наиболее часто используемые сорбенты в практике хроматографического анализа?
7. Стационарные неподвижные фазы. Примеры неподвижных жидких фаз, иммобилизованные сорбенты.
8. Каковы механизмы сорбционных процессов. Типы связей сорбат - сорбент?
9. В чем сущность классической теории хроматографии?
10. Кинетическая теория хроматографии.
11. Основные хроматографические параметры, их физический смысл.
12. Что является количественной характеристикой установившегося равновесия в хроматографии и от чего зависит этот параметр.
13. Какова связь константы распределения с линейной хроматографией?
14. В чем сущность концепции теоретических тарелок, разработанной Мартином и Синджем?
15. Какова связь эффективности разделения с числом равновесия?

16. Основные уравнения хроматографии.
17. В чем отличие коэффициента распределения (D) от фактора разделения (α)?
18. Размывание хроматографического пика и факторы, влияющие на него. Уравнение Ван-Деемтера.
19. Изотермы сорбции. Какова зависимость формы хроматограммы от изотермы сорбции?
20. Чем отличается элюентный-изократический вариант получения хроматограммы от элюентного-градиентного?
21. Каковы расчетные методы количественного хроматографического анализа?
22. Что означают статический и динамический режим в хроматографии?
23. Чем характеризуется эффективность хроматографической колонки?

Тест

1. Каким образом нужно повлиять на температуру, чтобы оптимизировать ионообменный процесс? Систему надо . . .
 1. охлаждать
 2. нагревать
 3. оставлять без изменения температуры
2. Каково преимущество органических обменников по сравнению с силикатными? Они обладают большой ...
 1. механической прочностью
 2. обменной емкостью
 3. скоростью обмена
 4. всеми указанными преимуществами
3. Как проводят сульфирование полистирольной смолы? Обработывают смолу ...
 1. серной кислотой
 2. хлорсульфоновой кислотой
 3. серным ангидридом
 4. любым из вышеперечисленных реагентов
4. Какой принцип положен в основу плоскостной хроматографии?
 1. агрегатное состояние
 2. механизм взаимодействия
 3. техника выполнения
 4. цель хроматографирования
5. Какой вариант получения хроматограмм самый практикуемый?
 1. элюентный – изократический
 2. вытеснительный
 3. фронтальный
 4. элюентный - градиентный
6. Что такое время удерживания (t_R)? Это время ...
 1. от момента ввода смеси веществ до выхода последнего
 2. от момента ввода анализируемой пробы до регистрации пика
 3. интервал (в минутах) между пиками двух веществ
 4. пребывания вещества в подвижной фазе
7. Какое из нижеперечисленных условий следует соблюдать для получения воспроизводимых результатов хроматографирования?
 1. давление подвижной фазы
 2. температура и давление
 3. состав фаз
 4. условия 1 - 3
8. Что выражает коэффициент емкости в хроматографии? Эта величина показывает".
 1. во сколько раз вещество дольше находится в неподвижной фазе, чем в подвижной
 2. во сколько раз концентрация вещества (x) больше в неподвижной фазе, чем в подвижной
 3. отношение кон-ции определяемого вещества в сорбенте к ее концентрации в исход- ном растворе
 4. что на анализ потребуется мало времени
9. Что характеризует понятие удерживаемый объем (V_R)? Объем элюента
 1. в сорбенте
 2. объем необходимый для элюирования определяемого вещества
 3. приготовленного раствора
 4. все пункты 1 - 3 верны
10. Что показывает коэффициент удерживания t_R ? Время ...
 1. нахождения вещества в подвижной фазе
 2. нахождения вещества в неподвижной фазе

3. время необходимое для анализа
 4. время фиксирования на хроматограмме неудерживаемого вещества
11. Что характеризует изотерма сорбции? Графическую зависимость ...
 1. отношения исходной концентрации к сорбированной ее части
 2. количества вещества в неподвижной фазе (CS) к его концентрации в подвижной фазе (CM)
 3. времени процесса сорбции от концентрации сорбата
 4. температуры от концентрации сорбата в сорбенте
 12. Каким параметром характеризуется эффективность хроматографической колонки?
 1. числом теоретических тарелок (N)
 2. высотой эквивалентной теоретической тарелке (H)
 3. факторами 1 – 2
 4. временем удерживания вещества (tR)
 13. Что характеризуется под термином , разрешение в хроматографии?
 1. разделение двух соседних пиков
 2. возможность разделения анализируемой смеси
 3. минимальная концентрация анализируемого вещества
 4. селективность неподвижной фазы
 14. Что служит качественной характеристикой определяемых веществ?
 1. число теоретических тарелок
 2. время удерживания (объем удерживания)
 3. величина RS
 4. разность между tR2 и tR1
 15. Что положено в основе количественного анализа в методе абсолютной калибровки?
 1. построение градуировочного графика по стандартам
 2. сравнение высот пиков стандарта и аналита
 3. вычисление площадей под гауссовой кривой растворов стандарта и аналита
 4. введение в аналит известного количества эталонного соединения и расчет по формуле после хроматографирования

ТЕМА 3. Газовая хроматография (ГХ)

Темы лабораторных работ

Лабораторная работа 1. Определение качественного состава смеси на основе характеристик удерживания

Лабораторная работа 2. Определение количественного состава многокомпонентной смеси

Лабораторная работа 3. Определение критериев разделения

Задачи для самостоятельного решения

1. Скорость потока газа-носителя гелия составляет 30 см³/мин. Определить удерживаемый объем и приведенный удерживаемый объем оксида углерода СО на данной колонке, если время удерживания гелия 40с, оксида углерода – 6 мин. Гелий на данной колонке практически не сорбируется.
2. В анализируемой пробе находятся метан и оксид углерода. Времена удерживания этих соединений на данной хроматографической колонке равны соответственно 5,50 и 7 мин. Ширина пиков на половине их высоты равна соответственно 30 и 95с. Определить степень разделения этих веществ. Форма пиков близка кривой нормального распределения.
3. Ширина основания хроматографического пика метанола составляет 10 мм. Вычислить число теоретических тарелок данной колонки для метанола, если время удерживания этого соединения 9 мин. Скорость движения диаграммной ленты 600 мм/ч. Вычислить ВЭТТ, если длина колонки равна 1 м.
4. Ширина основания хроматографического пика этанола составляет 20 мм. Число теоретических тарелок для этанола на данной колонке определено и равно 2000. Скорость движения диаграммной ленты самописца 1200 мм/ч. Вычислите время удерживания этанола (мин).

5. По хроматограмме пробы, содержащей вторичные амины, необходимо идентифицировать соединение, пик которого имеет время удерживания 358 с. В данных условиях н-гептан имеет время удерживания 348 с, н-октан – 372 с. Температура термостата колонок 100°C. Неподвижная фаза жидкая – сквалан. Значения индексов Ковача для ряда вторичных аминов: ди-изо-пропиламин 644; ди-н-пропиламин 746; ди-втор-бутиламин 837; ди-изо-бутиламин 850. Оцените, какой из этих аминов должен находиться в пробе.
6. Чувствительность детектора хроматографа к орто-, мета- и пара-дихлорбензолу практически одинакова. Оцените массовую долю (в процентах) каждого из них в смеси, если высота пика равна соответственно 70, 95 и 30 мм, а ширина пика на половине высоты равна 12, 15 и 17 мм. Форма пиков близка к кривой нормального распределения.
7. Определить содержание оксида углерода в пробе, если площадь пика этого соединения при объеме пробы 2 см³, измеренная как среднее из десяти определений, составляет 1224 мм². Для определения калибровочных коэффициентов использовали поверочную газовую смесь, содержащую 10,3% СО. При анализе 1,0; 2,0 и 3,0 см³ этой смеси получены площади пиков оксида углерода 716, 1438 и 2148 мм² соответственно. Объемы проб измерены при комнатной температуре.
8. Чувствительность детектора по теплопроводности составляет $2 \cdot 10^3$ мВ·см³/мг. Оценить, какой сигнал зафиксирует потенциометр хроматографа, если на детектор поступит газ-носитель, содержащий 10⁻³⁰% пропана.
9. Оценить содержание бензола в анализируемой пробе массой 10 мг; высота пика бензола на хроматограмме 8,2 см, ширина пика на середине его высоты 1,5 см. Хроматограф снабжен детектором по теплопроводности. Чувствительность детектора к бензолу $5 \cdot 10^3$ мВ·см³/мг; чувствительность регистратора 0,2 см/мВ. Расход газа-носителя 50 см³/мин. Скорость движения диаграммы 2400 мм/ч.
10. Предел обнаружения детектора ионизации в пламени составляет $1,5 \cdot 10^{-8}$ мг/с по пропану. Содержание бутана в пробе 10⁻³⁰%, объем пробы 1 см³. Эффективность колонки для бутана $n = 1000$ теоретических тарелок. Время удерживания бутана 4 мин, плотность паров 2,7 мг/см³. Оценить, достаточна ли чувствительность прибора для идентификации бутана в пробе. Предполагается, что проба вводится практически мгновенно.
11. Определить процентный состав компонентов газовой смеси по следующим данным, полученным с помощью газовой хроматографии:

Компонент смеси	S, мм	k
Пропан	175	0,68
Бутан	203	0,68
Пентан	182	0,69
Циклогексан	35	0,85

12. Через колонку, содержащую 5 г катионита, пропустили 250.0 мл 0.05 М раствора ZnSO₄. Вытекающий из колонки раствор собирали порциями по 50.00 мл. В каждой порции определяли содержание ионов цинка и получили следующие значения концентраций моль экв/л: 1 – 0.016; 2 – 0.058; 3 – 0.076; 4 – 0.100; 5 – 0.100. Вычислить полную динамическую обменную емкость катионита.
13. Из 100.0 мл анализируемого раствора 10.00 мл было пропущено через колонку с катионитом в Н⁺ – форме. Определить, раствор какой соли (NaCl или KCl) подвергался анализу, если на титрование полученного элюата израсходовано 10.00 мл раствора КОН с концентрацией 0.56 г/л, а содержание соли в анализируемом растворе составило 74.50 мг.
14. Рассчитать удерживаемый объем вещества, элюирующегося из колонки с 200 т.т. при скорости движения диаграммной ленты самописца, равной 600 мм/ч, скорости пропускания газа-носителя – 38 мл/мин., и имеющего полуширину хроматографического пика, равную 2 мм.
15. Определить массовую долю метана и этана в газовой смеси по следующим данным, полученным при газохроматографическом анализе:

Компонент	Метан	Этан
Площадь пика, мм ²	207	4
Поправочный коэффициент	1.23	1.15

16. Через колонку с катионитом в Н⁺ – форме пропущено 200.0 мл раствора, содержащего 2.3500 г технического медного купороса. На нейтрализацию кислоты в каждой порции филь-

трата по 50.00 мл затрачено 47.50 мл 0.0920 М раствора КОН. Определить массовую долю меди в растворенной навеске медного купороса.

17. Сколько граммов никеля останется в растворе, если через колонку с 10 г катионита в H^+ – форме пропустили 500.0 мл раствора $Ni(NO_3)_2$ с титром, равным 0.01399 г/мл? Полная динамическая обменная емкость катионита в данных условиях разделения равна 5.00 мэкв/г.
18. При определении этилового спирта в 15.2600 г смеси методом газожидкостной хроматографии в качестве внутреннего стандарта использовали нормальный бутиловый спирт в количестве 1.0900 г. Определить массовую долю этилового спирта по следующим данным:

Пик этилового спирта		Пик н-бутилового спирта	
Высота	Полуширина	Высота	Полуширина
35 мм	3 мм	52 мм	2 мм

19. Определить длину хроматографической колонки, если удерживаемый объем одного из компонентов равен 60 мл, а полуширина пика этого компонента – 2 мм. Расход газа-носителя – 30 мл/мин. Высота, эквивалентная теоретической тарелке, равна 2.5 мм. Скорость движения диаграммной ленты – 720 мм/ч.
20. Через колонку с катионитом в H^+ – форме пропущено 100.0 мл раствора, содержащего 1.1750 г технического сульфата меди. На нейтрализацию кислоты в каждой порции элюата по 25.00 мл затрачено 23.75 мл 0.0460 М раствора КОН. Определить массовую долю меди в навеске технического сульфата меди.

ТЕМА 4. Жидкостная хроматография

Темы лабораторных работ

Лабораторная работа 4. Определение содержания в растворе нейтральных солей

Лабораторная работа 5. Определение динамической обменной емкости катионита

Лабораторная работа 6. Определение ионов никеля и цинка в смеси с использованием разделения их на анионите

Лабораторная работа 7. Разделение железа (III) и меди (II)

Лабораторная работа № 8. Разделение и количественное определение бромид- и йодид-ионов методом осадочной бумажной хроматографии.

Темы реферативных работ

1. Основные принципы газо-жидкостной хроматографии и области ее применения
2. Осадочная хроматография
3. Ионообменная хроматография.
4. Гель-хроматография
5. Эксклюзионная хроматография
6. Адсорбционная хроматография
7. Ионная хроматография
8. Ион-парная хроматография
9. Эксклюзионная хроматография
10. Лигандообменная хроматография.

ТЕМА 5. Сверхкритическая флюидная хроматография и электрофорез в анализе

Примерные задания для контрольной работы

ВАРИАНТ 1

1. Через колонку с катионитом в H^+ – форме пропущено 200.0 мл раствора, содержащего 2.3500 г технического медного купороса. На нейтрализацию кислоты в каждой порции фильтрата по 50.00 мл затрачено 47.50 мл 0.0920 М раствора КОН. Определить массовую долю меди в растворенной навеске медного купороса.

2. Навеску 2.0000 г образца, содержащего NaNO_3 , растворили в 100.0 мл воды. 10.00 мл этого раствора пропустили через колонку с катионитом в H^+ – форме, а элюат оттитровали 15.00 мл раствора NaOH с концентрацией $4 \cdot 10^{-3}$ г/мл. Рассчитать массовую долю NaNO_3 в образце.
3. Рассчитать удельный удерживаемый объем ксилола, если его приведенное расстояние удерживания на хроматограмме равно 15 мм при скорости движения диаграммной ленты 600 мм/ч, расходе газа-носителя 30 мл/мин., температуре хроматографической колонки 90 °С и массе неподвижной фазы, равной 4 г.
4. При газохроматографическом определении ацетона в смеси, массой 10.5600 г, в качестве внутреннего стандарта использовали метилэтилкетон в количестве 1.0500 г. Определить массовую долю (%) ацетона по следующим данным:

Компонент	ацетон	метилэтилкетон
Площадь пика, мм ²	100	95
Поправочный коэффициент	0.82	1.79

ВАРИАНТ 2

1. Какая масса кобальта останется в растворе, если через колонку, заполненную 5 г катионита, пропустили 200.0 мл раствора CoSO_4 с концентрацией 0.05 моль/л? Полная динамическая обменная емкость катионита в данных условиях разделения равна 1.6 мэкв/г.
2. Навеску 1.5000 г образца, содержащего MgCl_2 , растворили в 200.0 мл воды. 20.00 мл этого раствора пропустили через колонку, заполненную катионитом в H^+ – форме, а элюат оттитровали 12.50 мл KOH с концентрацией 5.6 мг/мл. Рассчитать массовую долю Mg в образце.
3. Рассчитать массовую долю ацетона и этанола в пробе, если высота и полуширина пиков этих компонентов на полученной хроматограмме равны, соответственно: 60 мм и 2 мм; 90 мм и 3 мм.
4. Рассчитать время удерживания компонента, элюирующегося из колонки с 200 т.т. при скорости движения диаграммной ленты 720 мм/ч, если полуширина хроматографического пика составляет 3 мм.

Перечень вопросов к экзамену

1. Классификация методов хроматографии.
2. Основные хроматографических параметры.
3. Сорбенты в хроматографии. Иммобилизация сорбентов.
4. Влияние размера сорбента, давление и длины колонок на процесс хроматографирования.
5. Процессы, протекающие в колонке при прохождении подвижной фазы; вихревая диффузия, молекулярная диффузия, массопередача и кинетика сорбции - десорбции.
6. Оптимизация хроматографического процесса.
7. Влияние внеколоночных вкладов на размывание хроматографических пиков.
8. Градиентное элюирование и его место в хроматографии.
9. Способы заполнения колонок.
10. Ионообменная хроматография. Подвижные и неподвижные фазы (иониты, хелатные иониты), решаемые задачи.
11. Ионная хроматография, решаемые задачи аппаратное оформление.
12. Общая характеристика метода ТСХ.
13. Основные количественные методы, используемые в ТСХ (прямые, косвенные методы).
14. Лигандообменная хроматография; сорбенты, элюенты, решаемые задачи.
15. Изотермы сорбции. Зависимость формы пика от изотермы; Хроматографическое размывание.
16. Высокоэффективная жидкостная хроматография, обращено-фазовый и нормально-фазовый варианты.
17. Механизмы распределения в хроматографии.
18. Ион-парная и осадочная хроматографии.
19. Сверхкритическая флюидная хроматографии.

20. Сочетание хроматографии с другими физическими методами

Таблица 9 – Примеры оценочных средств с ключами правильных ответов

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
ОПК-1- Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений ПК-1 Способен проводить сбор, анализ и обработку литературных данных для решения поставленной задачи в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках				
1.	Задание закрытого типа	В каком интервале изменяются размеры коллоидных частиц? а) $10^{-2} - 10^{-5}$ б) $10^{-5} - 10^{-7}$ в) $10^{-7} - 10^{-8}$ г) $10^{-1} - 10^{-3}$	б	1
2.		Химическую пептизацию свежего осадка карбоната бария вызовет электролит ... 1. CaCl_2 ; 2. BaCl_2 ; 3. Na_2CO_3 ; 4. HCl ; 5. ни один из электролитов	3	1-2
3.		Найдите соответствия между методами получения коллоидных систем 1. Диспергирование 2. Конденсация А) соединение атомов, ионов или молекул в агрегаты Б) дробление крупных частиц дисперсной фазы В) пептизация Г) замена растворителя Д) действие ультразвука	1-б, в, д 2- а, г	1-2
4.		Расположите жидкости: гептан, уксусная кислота, изопропиловый спирт, вода в ряд по возрастанию величины поверхностного натяжения.	Так как поверхностное натяжение есть результат нескомпенсированности межмолекулярных взаимодействий в поверхностном слое, то чем больше межмолекулярные взаимодействия в объеме жидкости, тем больше σ . Силы взаимодействия, определяющие поверхностное натяжение, могут иметь разную природу: дисперсионные, водородные, диполь-дипольные, диполь-индуцированные, электростатические. В первом приближении поверхностное натяжение представляет сумму вкладов всех видов взаимодействий: $\sigma = \sigma_d + \sigma_{sp}$. Дисперсионные взаимодействия существуют для всех веществ. Для неполярных жидкостей	2-4

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
			(углеводородов и их галогенпроизводных) $\sigma_n=0$ и $\sigma=\sigma_d$. для полярных жидкостей существенен вклад σ_n . Поэтому с увеличением полярности жидкости поверхностное натяжение возрастает. Следовательно, правильный ответ: $\sigma_{\text{сперт}} < \sigma_{\text{изопр. спирт}} < \sigma_{\text{сукс.кислоты}} < \sigma_{\text{своды}}$.	
5.		Укажите последовательность образования коллоидной частицы мицеллы 1) Адсорбционный слой 2) Ядро 3) Агрегат 4) Диффузный слой	2,3,1,4	1-2
6.	Задание открытого типа	Для каких систем возможно применение уравнения Гиббса?	На основании термодинамических представлений, использованных при выводе уравнения Гиббса, можно сделать заключение, что оно справедливо для разбавленных систем в любом агрегатном состоянии. Однако на практике оно может быть использовано для определения величины адсорбции лишь для систем, для которых возможно экспериментальное определение поверхностного натяжения, т. е. для систем жидкость-газ и жидкость-жидкость.	2-4
7.		Что такое конус Тиндаля? Приведите примеры использования данного явления в коллоидной химии.	Рассеяние света частицами коллоидного раствора, позволяющее видеть направление пучка света, проходящего сквозь коллоидный раствор. На эффекте Тиндаля основан ряд оптических методов определения размеров, формы и концентрации коллоидных частиц и макромолекул.	2-3
8.		Рассчитать радиус частиц золя AgCl в воде, если время их оседания в центрифуге составило 10 мин при следующих условиях: исходный уровень $h_1 = 0,09$ м; конечный уровень $h_2 = 0,14$ м; плотность дисперсной фазы $\rho = 5,6 \cdot 10^3$ кг/м ³ ; плотность дисперсионной среды $\rho_0 = 1 \cdot 10^3$ кг/м ³ ; частота вращения центрифуги $u = 1000$ об/мин; вязкость $\eta = 1 \cdot 10^{-3}$ Па·с.	Радиус частиц рассчитывают по уравнению $r = \sqrt{\frac{9\eta}{2(\rho - \rho_0)\omega^2} \frac{\ln(h_2/h_1)}{\tau}}$ Угловая скорость $\omega = 2\pi n / 60$, где n - число оборотов в минуту (частота вращения). Следовательно $\omega = \frac{2 \cdot 3,14 \cdot 1000}{60} = 105 \text{ с}^{-1}$	3-5
9.		Напишите какая мицелла об-	{[BaSO ₄] _m ·nSO ₄ ²⁻ ·(2n-	3-5

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
		разуется при смешении растворов хлорида бария и сульфата натрия (избыток)	$x)Na^+ \}^{x-} \cdot xNa^+$	
10.		Рассчитать молекулярную массу полиамида в метаноле по опытным данным метода ультрацентрифугирования: коэффициент константы седиментации при бесконечном разведении раствора $S_0 = 1,95$; константы уравнения $K = 1,86 \cdot 10^{-2}$; $b = 0,47$.	Молекулярную массу рассчитывают по уравнению $\lg M = \frac{\lg S_0 - \lg K}{b};$ $\lg M = \frac{0,2900 - \bar{2},2695}{0,47} = \frac{0,2900 - (-1,7305)}{0,47} = 4,2989,$ $M \approx 1,99 \cdot 10^4.$	3-5

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

Таблица 10 – Технологическая карта рейтинговых баллов по дисциплине

№ п/п	Контролируемые мероприятия	Количество мероприятий / баллы	Максимальное количество баллов	Срок представления
Основной блок				
1.	<i>Отчеты по лабораторным работам</i>	5	15	по расписанию
2.	<i>Защита реферата</i>	10	10	по расписанию
3.	<i>Выполнение решения задач</i>	5	5	по расписанию
4.	<i>Контрольная работа</i>	10	10	по расписанию
Всего			40	-
Блок бонусов				
5.	<i>Посещение занятий</i>	0,2	3	
6.	<i>Своевременное выполнение всех заданий</i>	0,3	3	
7.	<i>Творческий подход к выполнению заданий</i>	0,1	4	
Всего			10	-
Дополнительный блок**				
8.	<i>Экзамен</i>	50	50	
Всего			50	-
ИТОГО			100	

Таблица 11 – Система штрафов (для одного занятия)

Показатель	Балл
<i>Опоздание на занятие</i>	-0,5
<i>Нарушение учебной дисциплины</i>	-5
<i>Неготовность к занятию</i>	-10
<i>Пропуск занятия без уважительной причины</i>	-0,2

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

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

При реализации дисциплины (модуля) в зависимости от уровня подготовленности обучающихся могут быть использованы иные формы, методы контроля и оценочные средства, исходя из конкретной ситуации.

8. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

8.1. Основная литература

1. Пентин, Юрий Андреевич. Физические методы исследования в химии : Доп. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - М. : Мир, 2003. - 683 с. - (Методы в химии). - ISBN 5-03-003470-6: 377-00, 379-63, 205-26 : 377-00, 379-63, 205-26. (31 экз.).

2. Серов Ю.М. Хроматографические методы анализа: учеб. пособие / Ю.М. Серов, В.Ю. Конюхов, А.Ю. Крюков, З.В. Псху, К.Н. Жаворонкова. - М. : Издательство РУДН, 2011. - 218 с. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html> (ЭБС «Консультант студента»)

8.2. Дополнительная литература:

1. Физико-химические методы анализа. Учебно-методическое пособие /О. С. Садомцева, В.В. Шакирова, В.В. Уранова. – Астрахань : Издатель: Сорокин Роман Васильевич, 2015. – 116 с.

2. Васильев, В.П. Аналитическая химия. В 2-х кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа : Рек. М-вом образования РФ в качестве учеб. для вузов. - 4-е изд. ; стереотип. - М. : Дрофа, 2004. - 384 с. : ил. - (Высшее образование). - ISBN 5-7107-8746-9 (кн. 2): 67-83, 134-00 : 67-83, 134-00.

3. Васюкова А.Т., Аналитическая химия. Учебник для бакалавров. М. : Дашков и К, 2019. - 156 с. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785394028373.html> (ЭБС «Консультант студента»)

4. Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. М. : ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 656 с. URL: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html> (ЭБС «Консультант студента»)

8.3. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимый для освоения дисциплины:

1. Электронная библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента»: www.studentlibrary.ru

9. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Материально-техническое обеспечение учебной дисциплины включает в себя учебные аудитории для проведения лекционных занятий, оснащенные мультимедийными проекторами для демонстрации учебного материала.

Лабораторный практикум обеспечен лабораторией, химическими реактивами, лабораторной посудой и учебно-научным оборудованием: спектрофотометры ПЭ 5400,

ПЭ2300; анализаторы жидкостей рН-метры «Эксперт-001», ионоселективные электроды, центрифуги, магнитные мешалки, рефрактометр, хроматограф «Цвет-500 М».

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 законных представителей 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).