

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет



УТВЕРЖДАЮ:

И.о. декана химического факультета
_____ А.С. Князев

» апрель 2022 г.

Рабочая программа дисциплины

Хроматография

по направлению подготовки

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:
«**Фундаментальная и прикладная химия веществ и материалов**»

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2021

Код дисциплины в учебном плане: Б1.О.В.ДВ.01.02

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

_____ А.С. Князев

Председатель УМК

_____ В.В. Хасанов

Томск – 2022

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины (модуля)

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

– ПК-3. Способен к решению профессиональных производственных задач.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

ИПК-1.2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

ИПК-1.3. Использует современное физико-химическое оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках, применяя взаимодополняющие методы исследования.

ИПК-3.1. Анализирует имеющиеся нормативные документы по системам стандартизации, разработки и производству химической продукции и предлагает технические средства для решения поставленных задач.

ИПК-3.2. Производит оценку применимости стандартных и/или предложенных в результате НИР технологических решений на применимость с учетом специфики изучаемых процессов.

2. Задачи освоения дисциплины

- Получить базовые знания по важнейшим приемам газохроматографического анализа соединений, составу и назначению элементов оборудования.

- Освоить технику газовой хроматографии.

- Научиться воспроизводить и творчески модифицировать известные методики и подходы для достижения целей анализа сложных смесей, упрощения, ускорения и удешевления процедуры ГХ-анализа.

3. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к обязательной части образовательной программы. Дисциплина входит в модуль Дисциплины (модули) по выбору 1 (ДВ.1).

4. Семестр(ы) освоения и форма(ы) промежуточной аттестации по дисциплине

Семестр 3, зачет.

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: обязательной части профессионального блока: аналитическая, органическая химия, а также дисциплинами обязательной части общепрофессионального блока: математический анализ, физика и строение вещества, направления подготовки 04.03.01 Химия.

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины (модуля)

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 з.е., 108 часов, из которых:

– лекции: 12 ч.;

– практические занятия: 20 ч.

в том числе практическая подготовка: 20 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам

Тема 1. Сущность газовой хроматографии, области её применения, аппаратное оформление

История возникновения хроматографии. Сущность хроматографии. Основные виды хроматографии и области ее применения. Сведения об аппаратуре. Физико-химические основы детектирования. Основные детекторы и их характеристики. Основные характеристики удерживания. Работы М.С. Цвета.

Тема 2. Теоретические основы газовой хроматографии

Теория равновесной газовой хроматографии, уравнение материального баланса. Теория неравновесной газовой хроматографии. Причины размывания хроматографических полос. Теория тарелок Мартина. Теория критерия разделения Жуховицкого и Туркельтауба. Высота, эквивалентная теоретической тарелке. Способы определения числа теоретических тарелок.

Теория эффективной диффузии. Эффективный коэффициент диффузии. Уравнение Ван-Деемтера и его анализ. Факторы, влияющие на эффективность хроматографической колонки.

Применение газовой хроматографии при изучении механизмов химических реакций в органической химии. Определение кинетических и термодинамических параметров.

Препаративная газовая хроматография. Устройство и принципы работы препаративного хроматографа, применяемые колонки и производители. Применение препаративной хроматографии в органической и фармацевтической химии.

Газовая хроматография с программированием температуры и расхода газа-носителя.

Тема 3. Газо-адсорбционная и газожидкостная хроматография

Сущность и особенности процессов распределения в газо-адсорбционной хроматографии. Адсорбенты, используемые в газо-адсорбционной хроматографии. Особенности физико-химических процессов в газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ). Носители в ГЖХ, их классификация, характеристики, способы модифицирования. Неподвижная жидкая фаза (НФ). Требования к НФ. Способы нанесения НФ на носитель, приготовление колонок. Полярность и селективность фазы. Характеристики наиболее распространенных НФ и области их применения.

Тема 4. Качественный и количественный газохроматографический анализ

Качественный газохроматографический анализ. Эталоны. Графические зависимости при идентификации. Система индексов удерживания Ковача, относительные параметры удерживания. Метод селективного вычитания и сдвига.

Количественный газохроматографический анализ. Метод абсолютной калибровки, метод простой нормировки, внутренняя нормировка с калибровочными коэффициентами (их физический смысл). Метод контролируемой внутренней нормализации. Метод внутреннего стандарта, метод стандартной добавки. Источники ошибок в хроматографическом анализе. Методы концентрирования в газовой хроматографии. анализ равновесной паровой фазы, динамическая газовая экстракция. Сорбционное концентрирование.

Тема 5. Капиллярная хроматография.

Капиллярная хроматография. Уравнение Голея и его анализ. Капиллярные колонки, способы их приготовления. Капиллярные колонки со штытыми и привитыми формами. Капиллярные колонки с толстым слоем НЖФ, поликапиллярные колонки. Пиролитическая

газовая хроматография с использованием капиллярных колонок. Области применения капиллярной хроматографии.

Тема 6. Комбинированные физико-химические методы

Сочетание газовой хроматографии с ИК-спектроскопией и масс-спектрометрией.

Основы масс-спектрометрии. Способы ионизации молекул. Устройство масс-спектрометра. Основные закономерности фрагментации органических соединений. Хромато-масс-спектрометрия и её применение для анализа сложных смесей органических соединений и объектов окружающей среды.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, проведения коллоквиумов, и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Примерная тематика индивидуальных заданий (рефератов)

1. История открытия метода хроматографии. Работы М.С. Цвета, роль отечественных ученых в развитии газохроматографических методов.
2. Современные методы концентрирования и разделения микропримесей органических соединений.
3. Применение газовой экстракции для определения органических соединений в объектах окружающей среды.
4. Применение газовой хроматографии для определения лекарственных препаратов и токсинов.
5. Газохроматографическое определение летучих органических соединений в полимерных материалах.
6. Применение газовой хроматографии в фармацевтике и фармакологии.
7. Газовая хроматография в космических исследованиях.
8. Применение поликапиллярных колонок для экспрессного определения углеводов и взрывчатых веществ.

Вопросы для подготовки к коллоквиуму по теме «Качественный хроматографический анализ»

1. Использование стандартных соединений (метод метки).
2. Относительные параметры удерживания для идентификации соединений.
3. Корреляционные зависимости параметров удерживания от физико-химических свойств сорбатов.
4. Логарифмические индексы удерживания Ковача, арифметические индексы в режиме программирования температуры. Закономерности удерживания.
5. Реакционная газовая хроматография. Метод селективного вычитания и сдвига в качественном анализе многокомпонентных смесей.
6. Применение селективных детекторов для качественного анализа.
Сочетание газовой хроматографии с ИК-спектроскопией и масс-спектрометрией.

Зачет в третьем семестре проводится в письменной форме по билетам. Билет содержит 2 теоретических вопроса, проверяющих ИПК-1.1., ИПК-1.2., ИПК-1.3., ИПК-3.1., ИПК-3.2. Продолжительность экзамена 1,5 часа.

Примерное содержание билета:

Билет №2

1. Принципиальная схема устройства газового хроматографа. Типы хроматографических приборов лабораторного, промышленного и специального назначения. Детекторы и хроматографические колонки.

2. Корреляционные зависимости параметров удерживания от физико-химических свойств сорбатов в качественном анализе.

Билет №7

1. Теория теоретических тарелок Мартина. Способы оценки эффективности и селективности хроматографических колонок.

2. Метод внутреннего стандарта с количественном анализе.

11. Учебно-методическое обеспечение

а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» включает три части:

- <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=28550>

б) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.

в) План семинарских / практических занятий по дисциплине.

г) Методические указания по проведению лабораторных работ.

д) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

а) основная литература:

– Гольберт К. А., Вигдергауз М. С. Введение в газовую хроматографию. – М. : Химия, 1990 – 352 с.

– Руководство по газовой хроматографии. Под ред. Э. Лейбцина, Х. Штруппе. В 2-х т., М. : Мир, 1988 – 510 с.

– Супина В. Насадочные колонки в газовой хроматографии. – М. : Мир, 1977 – 256 с.

– Столяров Б. В., Савинов И. М., Витенберг А. Г. Руководство к практическим работам по газовой хроматографии. – Л. : Химия, 1988 – 336 с.

– Король А. Н. Неподвижные фазы в газо-жидкостной хроматографии. – М. : Химия, 1985 – 240 с.

– Тесаржик К., Комарек К. Капиллярные колонки в газовой хроматографии. – М. : Мир, 1987 – 222 с.

– Высокоэффективная газовая хроматография. Под ред. К. Хайвера. – М. : Мир, 1993 – 288 с.

– Хмельницкий Р. А., Бродский Е. С. Хромато-масс-спектрометрия. – М. : Химия, 1984 – 216 с.

– Яшин Я. И., Яшин Е. Я., Яшин А. Я. Газовая хроматография. – М. : ТрансЛит, 2009. – 528 с.

б) дополнительная литература:

– 100 лет хроматографии. Отв. ред. Б. А. Руденко. – М. : Наука, 2003. – 739 с.

– Киселев А. В. Межмолекулярные взаимодействия в адсорбции и хроматографии. – М. : Высшая школа, 1986. – 360 с.

– Витенберг А. Г., Иоффе Б. В. Газовая экстракция в хроматографическом анализе. – Л. : Химия, 1982. – 280 с.

– Алексеева К. В. Пиролитическая газовая хроматография. – М. : Химия, 1985. – 256 с.

– Дженнингс В., Рапп А. Подготовка образцов для газохроматографического анализа. – М. : Мир, 1986. – 166 с.

– Другов Ю. С., Зенкевич И. Г., Родин А. А. Газохроматографическая идентификация загрязнений воздуха, воды, почвы и биосред. – М. : БИНОМС, 2005. – 752 с.

в) ресурсы сети Интернет:

<https://www.khanacademy.org/science/organic-chemistry> - лекции по хроматографии онлайн (англ.)

Перечень информационных технологий

- а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:
- Microsoft Office Standard 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office OneNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);
 - публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

– Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ – <http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system>

– Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ – <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>

– ЭБС Лань – <http://e.lanbook.com/>

– ЭБС Консультант студента – <http://www.studentlibrary.ru/>

– Образовательная платформа Юрайт – <https://urait.ru/>

– ЭБС ZNANIUM.com – <https://znanium.com/>

– ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

14. Материально-техническое обеспечение

Учебный процесс по дисциплине «Газовая хроматография» осуществляется на базе:

- лекционной аудитории, оснащенной мультимедийным оборудованием для демонстрации презентаций, слайдов и компьютерной анимации
- специализированной лаборатории по хроматографии, оснащенной газовыми хроматографами «Хром-5», «Agilent 6890N» с приставкой для анализа равновесного пара, «Agilent 7890/MSD 5975C» для масс-спектральных анализов
- лаборатории физических методов исследования (аудитория 103 6-го учебного корпуса ТГУ).

Аудитории для проведения занятий лекционного и семинарского типа индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации в смешанном формате («Актру»).

15. Информация о разработчиках

Слизов Юрий Геннадьевич, канд. хим. наук, доцент, кафедра органической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, заведующий кафедрой;

Бугаева Александра Игоревна, канд. хим. наук, кафедра органической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент