

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

« 26 » августа 2022 г.

Рабочая программа дисциплины

Хроматографические методы

специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

специализация:

Фундаментальная и прикладная химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Химик. Преподаватель химии

Год приема

2022

Код дисциплины в учебном плане: Б1.В.1.ДВ.01.01.02

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковников

Председатель УМК

В.В. Хасанов

Томск – 2022

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ОПК-1. Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

– ОПК-2. Способен проводить химический эксперимент с использованием современного оборудования, соблюдая нормы техники безопасности.

– ОПК-6. Способен представлять результаты профессиональной деятельности в устной и письменной форме в соответствии с нормами и правилами, принятыми в профессиональном сообществе.

– 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-6. Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИОПК-1.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов.

ИОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.

ИОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

ИОПК-2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.

ИОПК-2.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач профессиональной деятельности.

ИОПК-2.3. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования.

ИОПК-6.1. Представляет результаты работы в виде отчета по стандартной форме на русском языке.

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-6.1. Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства.

2. Задачи освоения дисциплины

– Освоить теоретические основы хроматографического разделения, идентификации и количественного определения веществ.

– Научиться осуществлять выбор варианта хроматографического метода анализа для определения веществ в реальных объектах.

– Владеть техникой хроматографического эксперимента, получения физико-химических характеристик ионообменников, построения хроматографических кривых.

3. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, предлагается обучающимся на выбор. Дисциплина входит в модуль Аналитическая химия.

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

Семестр 7, экзамен.

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются компетенции, сформированные в ходе освоения образовательных программ предшествующего уровня образования.

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: неорганическая химия, аналитическая химия, органическая химия, физическая химия, высокомолекулярные соединения, математический анализ, физика, методы математической статистики в химии.

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 4 з.е., 144 часа, из которых:

– лекции: 32 ч.;

– лабораторные работы: 36 ч.

в том числе практическая подготовка: 36 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины, структурированное по темам

Тема 1. Введение. Теории хроматографического разделения.

История развития хроматографии. Основные понятия и классификации хроматографических методов. Классификации методов хроматографии: по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по механизму разделения, по технике выполнения. Равновесная и неравновесная хроматографии. Теория равновесной газовой хроматографии, уравнение материального баланса. Теория неравновесной газовой хроматографии. Причины размывания хроматографических полос. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория эффективной диффузии. Эффективный коэффициент диффузии. Уравнение Ван-Деемтера. Факторы, влияющие на эффективность хроматографической колонки. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Критерий разрешения как фактор оптимизации хроматографического процесса. Влияние различных факторов на эффективность разделения. Программирование температуры, хроматермография.

Тема 2. Газовая хроматография.

Газоадсорбционная (ГАХ) и газожидкостная (ГЖХ) хроматографии. Сорбенты и носители, требования к ним. Процессы сорбции и распределения, лежащие в основе ГАХ и ГЖХ. Схема газового хроматографа. Детекторы, их чувствительность и селективность. Области применения. Методы идентификации веществ в хроматографии. Индексы удерживания Ковача и их свойства. Количественный хроматографический анализ.

Тема 3. Жидкостная хроматография.

Варианты жидкостной хроматографии (ЖХ). Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Сорбенты, элюенты, детекторы в ВЭЖХ. Адсорбционная жидкостная хроматография. Нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты.

Полярные и неполярные неподвижные фазы и принципы их выбора. Модификационные силикагели как сорбенты. Подвижные фазы и принципы их выбора. Области применения адсорбционной жидкостной хроматографии. Распределительная (жидкость-жидкостная) хроматография. Сорбенты, носители и жидкие фазы в нормально-фазовой и обращенно-фазовой распределительной хроматографии. Области применения.

Ионообменная хроматография. Классификация ионообменников. Методы и примеры синтеза ионитов. Физико-химические свойства ионообменников и методы их исследования. Равновесие ионного обмена (коэффициенты распределения, селективности, кажущаяся и термодинамическая константы равновесия). Влияние температуры, числа поперечных связей, структуры ионита, природы растворителя на ионообменное равновесие. Кинетика ионного обмена (внутридиффузионная и внешнедиффузионная). Влияние формы изотермы и кинетики процесса на вид хроматограмм при различных способах хроматографирования. Применение теории тарелок в ионообменной хроматографии. Принципы ионообменного разделения. Выбор элюента. Комплексообразующие иониты.

Ионная хроматография. Особенности строения и свойства сорбентов для ионной хроматографии. Двухколоночная и одноколоночная ионная хроматография, их преимущества и недостатки. Детекторы в ионной хроматографии. Ионохроматографическое определение катионов и анионов при анализе различных объектов.

Тема 4. Плоскостная хроматография.

Принципы разделения. Способы получения плоскостных хроматограмм (восходящий, нисходящий, круговой, двумерный). Бумажная хроматография. Тонкослойная хроматография. Области применения.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, выполнения теоретических и расчётных домашних заданий, сдачи коллоквиума по лекционному материалу и основным расчётам в хроматографии и фиксируется в форме контрольной точки в семестре.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Экзамен проводится в устной форме обсуждения заданий экзаменационного билета. Экзаменационный билет включает четыре задания. Структура экзаменационного билета соответствует компетентностной структуре дисциплины. Время подготовки 1,5 часа.

Два задания теоретического характера носят проблемный характер и предполагают синтетические ответы в развёрнутой форме, проверяющие ИОПК-1.1. и ИОПК-1.2.

Третье задание направлено на оценку сформированности ИПК-1.2. и предполагает знание методов хроматографического анализа и умение обоснованного выбора необходимого варианта для решения поставленной практической задачи.

Четвертое задание – расчётная задача. Выполнение данного задания предполагает проверку компетенции ИОПК-1.3. Приводится решение задачи и краткая интерпретация полученных результатов.

Примерный перечень теоретических вопросов

1. От чего зависит скорость движения хроматографической зоны вещества по колонке? Какая теория описывает эту закономерность и в чём её суть (выведите уравнение).

2. Какой вариант метода хроматографического анализа следует выбрать для определения анионов в молочной сыворотке: а) газовая хроматография; б) нормально-фазовая ВЭЖХ; в) ионная хроматография; г) эксклюзионная хроматография? Укажите

какие неподвижные и подвижные фазы можно использовать в данном варианте хроматографии, какой детектор? Приведите реакции, отражающие суть метода.

3. Представьте на рисунке общий вид кривых элюирования смеси двух соединений А и В, полученных на двух колонках, если селективность разделения на колонке 1 ниже, чем на колонке 2. Считать эффективность колонок одинаковой, разрешение пиков в обоих случаях больше 1,5. Какие параметры характеризуют селективность и эффективность хроматографического процесса? Каким образом можно повысить селективность разделения на колонке 1 для ГХ и ЖХ?

Примеры задач:

1. При разделении на хроматографической колонке ($N=256$) объёмы удерживания веществ (V_R) А и В равны 5,0 и 6,2 мл соответственно. Рассчитайте ширину пика каждого вещества ($\mu_{0,5}$) и их разрешение R_s . Возможно ли количественное определение компонентов А и В при таком разрешении?

2. На хроматограмме получены пики веществ Z и Y и несорбируемого компонента А. Времена удерживания: $\tau_R(Z)=5,64$ мин; $\tau_R(Y)=8,04$ мин; $\tau_{R0}=1,20$ мин. Ширина пика у основания: $w(Z)=0,25$ мин; $w(Y)=0,35$ мин. Объёмная скорость потока $F=3$ мл/мин. Длина колонки - 28,3 см. Рассчитайте: а) исправленные параметры удерживания (V_R' , τ_R') Z и Y; б) число теоретических тарелок; в) высоту, эквивалентную теоретической тарелке; г) коэффициент селективности и разрешение для разделения веществ Z и Y. Удовлетворяет ли разрешение пиков требованиям количественного анализа?

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». Оценка за выполнение заданий имеет удельный вес в зависимости от его сложности и трудоёмкости и выражается в баллах. Максимальное количество баллов за 4 задания – 40.

Результаты промежуточной аттестации зависят и учитывают результаты текущего контроля (результат сдачи коллоквиума). Коллоквиум проводится по одному из вариантов жидкостной хроматографии (ионообменной), который исключается из вопросов экзамена. Студенту предложено 4 задания (3 задания теоретического характера и 1 расчётная задача). Максимальное количество баллов за 4 задания – 40.

Примеры теоретических вопросов и расчётных задач для текущего контроля:

1. Оцените возможность ионообменного разделения ионов $Mg(II)$ и $Cu(II)$ на катионообменнике КУ-2-8, H^+ -ф. Какие параметры для этого следует определить? Как провести термодинамическую оценку процесса ионообменного разделения? Напишите реакции ионного обмена (10 б.)
2. Известно, что скорость ионного обмена зависит от скорости перемешивания раствора. Признаком какой лимитирующей стадии это является? Выведите основное уравнение при данном кинетическом механизме процесса ионного обмена. Укажите все признаки данного вида кинетики (14 б.)
3. Укажите физико-химическое свойство зернистых ионообменников, определяющее их кинетические свойства. Каким методом его определяют? Суть методики? (6 б.)
4. Какую навеску катионита в H^+ -форме следует взять, чтобы сорбировать Fe^{3+} из 5 л раствора $FeCl_3$ с молярной концентрацией $c(Fe^{3+}) = 0,05$ моль/л? Полная обменная ёмкость катионита 3,6 ммоль/г. Напишите реакцию ионного обмена. (10 б.)

Ниже приводится шкала перевода суммы баллов за текущий контроль и экзамен в оценки:

Количество баллов	Уровень сформированности компетенций	Оценка
72–80 баллов	Компетенции сформированы полностью	отлично

60 – 71 баллов	Компетенции сформированы частично	хорошо
48 – 59 баллов	Компетенции сформированы фрагментарно	удовлетворит.
Менее 48 баллов	Компетенции не сформированы, рекомендуется повторное освоение дисциплины	неудовлетворит.

11. Учебно-методическое обеспечение

а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» - <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=28549>

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

в) План семинарских и лабораторных 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:

– Сычёв С. Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография, 1-е перераб. – СПб. : Лань, 2013. – 255 с.

– Сычев К. С. Практическое руководство по жидкостной хроматографии. – М. : Техносфера, 2010. – 270 с.

– Конюхов В. Ю. Хроматография. – СПб. : Лань, 2021. – 221 с.

– Другов Ю. С. Газохроматографический анализ загрязненного воздуха: практическое руководство / Ю. С. Другов, А. А. Родин. – М. : БИНОМ, Лаборатория знаний, 2015. – 531 с.

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

б) дополнительная литература:

– Другов Ю. С. Экспресс-анализ экологических проб / Ю. С. Другов, А. Г. Муравьев, А. А. Родин. – М. : БИНОМ, 2010. – 424 с.

– Сычев С. Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография: аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем / С. Н. Сычев, В. А. Гаврилина. – СПб. : Лань, 2021. – 256 с.

URL: <https://e.lanbook.com/book/168493>.

URL: <https://e.lanbook.com/img/cover/book/168493.jpg>

– Другов Ю. С. Анализ загрязненной почвы и опасных отходов: практическое руководство / Ю. С. Другов, А. А. Родин. – М. : Лаборатория знаний, 2020. – 472 с.

URL: <https://e.lanbook.com/book/135483>.

URL: <https://e.lanbook.com/img/cover/book/135483.jpg>

– Бёккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза / Ю. Бёккер; пер. с нем. В. С. Куровой; под ред. А. А. Курганова. – М. : Техносфера, 2009. – 470 с.

в) ресурсы сети Интернет:

– открытые онлайн-курсы

– Cazes J., Scott R.P. Chromatography theory. New York 2002

<https://rushim.ru/books/chromatographia/chromatography-theory.djvu>

– Методы совершенствования хроматографических систем и механизмы удерживания в ВЭЖХ [Электронный ресурс]: монография / Сычев С. Н.

[/https://sun.tsu.ru/limit/2016/000393667/000393667.djvu](https://sun.tsu.ru/limit/2016/000393667/000393667.djvu)

13. Перечень информационных технологий

а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

- Microsoft Office Standart 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

Аудитории для проведения занятий лекционного типа.

Аудитории для проведения лабораторных работ, индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Помещения для самостоятельной работы, оснащенные компьютерной техникой и доступом к сети Интернет, в электронную информационно-образовательную среду и к информационным справочным системам.

Лаборатории оснащены вытяжными шкафами и необходимым оборудованием:

1. Ионный хроматограф ICS 5000 (Dionex).
2. Жидкостный хроматограф «Милихром».
3. Газовый хроматограф
4. рН-метр-милливольтметр рН-121, РР-15.
5. Аналитические весы.
6. Спектрофотометр Spresol, СФ-56.
7. Сушильный шкаф, термостат, встряхиватель.

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

15. Информация о разработчиках

Скворцова Лидия Николаевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.