

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

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

Рабочая программа дисциплины

Газовая хроматография

по направлению подготовки

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

«Трансляционные химические и биомедицинские технологии»

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2023

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

И.А. Курзина

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина

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

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

2. Задачи освоения дисциплины

– Формирование умений и навыков для решения проблемных задач (профессиональных задач) по установлению строения (подлинности) лекарственных веществ, определению их количественного содержания в лекарственном препарате, определению чистоты препарата.

– Приобретение теоретических знаний по хроматографическим методам исследования лекарственных веществ: теоретических основ и аппаратного оформления современных хроматографических методов исследования, возможности и недостатки методов.

– Формирование умений использовать современные технические средства для решения практических задач для установления строения лекарственных веществ.

– Приобретение умения работы с газовым хроматографом: установка колонки, стандартные операционные процедуры, установка режима; программным обеспечением: «GCMSolution» (Shimadzu Corp), «Хроматэк Аналитик» (ЗАО «СКБ Хроматэк»).

– Приобретение умений выбора метода и условий хроматографирования в зависимости от физико-химических свойств вещества и поставленной задачи: определять качественный и количественный состав в лекарственных препаратах, определять подлинность фармацевтической субстанции, определять количественное содержание остаточных растворителей в готовой лекарственной форме; проводить разделение и анализ лекарственных средств, представляющих собой многокомпонентные системы.

– Умение проводить пробоотбор и пробоподготовку образцов для исследования хроматографическими методами.

3. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к факультативной части образовательной программы.

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

Семестр 2, зачет

5. Входные требования для освоения дисциплины

Материал дисциплины опирается на ранее приобретенные студентами знания по общей и неорганической химии, органической химии, аналитической химии.

6. Язык реализации

Русский.

7. Объем дисциплины (модуля)

Общая трудоемкость дисциплины составляет 2 з.е., 72 часа, 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. Теоретические основы хроматографии, особенности газовой хроматографии.

Лекция 1. Основные формулы, термины, область применения, преимущества и ограничения газовой хроматографии: параметры удерживания, параметры хроматографического пика. Основные процессы в хроматографической колонке: уравнение ван Деемтера, высота эквивалентной теоретической тарелки, кинетические параметры потока; критерии оценки степени разделения (эффективность разделения, селективность); влияние температуры на хроматографическое разделение.

Газо-адсорбционная хроматография: преимущества и недостатки метода. Влияние химии поверхности на удерживаемые объемы и селективность разделения. Неспецифические и специфические межмолекулярные взаимодействия. Основные типы адсорбентов и их применения.

Газо-жидкостная хроматография: преимущества и недостатки метода, требования к жидким неподвижным фазам, классификация жидких фаз, селективность жидких фаз. Способы нанесения жидких фаз на твердые носители. Капиллярная хроматография. Определение числа теоретических тарелок. Материал капиллярных тарелок, приготовление капиллярных колонок, влияние толщины пленки подвижной фазы.

Тема 2. Устройство газового хроматографа.

Лекция 2. Функциональная схема газового хроматографа, источники газа-носителя. Генераторы газов (водород, воздух, азот, аргон). Блоки регулирования расхода газов. Дозирующие устройства: ввод газовых и жидких проб; автоматические дозирующие устройства. Колонки для газовых хроматографов. Термостаты колонок. Лабораторные газовые хроматографы, промышленные газовые хроматографы, промышленные автоматические газовые хроматографы. Комбинированные хроматографы: газовый хроматомасс-спектрометр, газовый ИКС-Фурье спектрометр.

Лабораторная работа 1. Знакомство с прибором и программным обеспечением хроматографа «Кристалл 5000.2».

Запуск хроматографа Хроматэк 5000, работа с ПО «Хроматэк Аналитик», задание режима анализа, получение хроматограммы однокомпонентного модельного раствора.

Лекция 3. Детекторы для газовой хроматографии. Селективные и универсальные. Принцип работы, преимущества и недостатки, объекты исследования. Комбинации детекторов. Типы детекторов:

- пламенно-ионизационный детектор;
- детектор по теплопроводности;
- электрозахватный детектор;
- термоионный детектор;
- пламеннофотометрический детектор;
- фотоионизационный детектор;

- импульсно-разрядный детектор;
- плазменно-эмиссионный детектор.

Тема 3. Подбор хроматографических условий анализа.

Лекция 4. Выбор газа-носителя. Линейный диапазон газа-носителя в зависимости от температуры термостата колонок. Выбор способа ввода пробы от агрегатного состояния образца: ввод анализируемого газа в испаритель хроматографа, выбор объема петли дозирования, проведение параллельного анализа на двух и более хроматографических колонках и детекторах; автоматический ввод жидких проб, влияние объема вкола на хроматографическое разделение, выбор объема вкола от аналитической задачи; подбор условий работы дозатора равновесного пара. Режимы ввода пробы в испаритель хроматографа: с делением пробы потоком газа-носителя, ввод пробы без деления пробы потоком газа-носителя, прямой ввод. Влияние режима ввода пробы на хроматографическое разделение.

Лабораторная работа 2. Разработка разделения двухкомпонентной смеси «растворитель + вещество».

Лекция 5. Выбор состава жидкой неподвижной фазы в зависимости от хроматографической задачи. Классификация жидких фаз, объекты исследования. Подбор температурного режима: изотермический и градиентный режимы хроматографирования. Влияние потока газа-носителя на хроматографическое разделение анализируемых веществ. Алгоритм подбора условий хроматографического разделения. Методики количественного определения остаточных растворителей в фарм. субстанциях и готовых лекарственных средств.

Лабораторная работа 3. Разработка разделения трехкомпонентной смеси «растворитель + 2 компонента».

Тема 4. Качественный и количественный анализ в газовой хроматографии.

Лекция 6. Методы идентификации, основанные на измерении параметров удерживания. Метод идентификации с добавлением известного вещества. Идентификация соединений методом газовой хроматомасс-спектропии. Устройство приборов ГХ-МС; способы ионизации: электронная ионизация, химическая ионизация (положительная и отрицательная), ионизация распылением в электрическом поле; способы детектирования (квадруполь, времяпролетная масс-спектрометрия). Масс-спектр вещества в зависимости от способа ионизации, библиотеки масс-спектров.

Лабораторная работа 4. Разработка и внутрилабораторный трансфер хроматографических условий. Разработка и внутрилабораторный трансфер хроматографических условий разделения между хроматографами (Хроматэк 5000.2 и Shimadzu QP 2020). Идентификация состава модельного образца методом газовой хроматомасс-спектрометрии.

Лекция 7. Определение целей и задач для проведения количественного анализа. Метод внутренней нормализации. Одноточечная и многоточечная градуировка, подбор диапазона градуировки. Метод абсолютной калибровки. Метод внутреннего стандарта: выбор вещества стандарта, подбор концентрации. Источники ошибок в газохроматографических измерениях. Определение сходимости результатов количественного определения. Верификация и валидация методики. Планирование эксперимента, литературный обзор, поиск проблем и путей их решения при проведении газохроматографического количественного определения.

Лабораторная работа 5. Разработка способа количественного определения.
Разработка разделения, идентификация методом добавки известных веществ и количественный анализ методом внутренней нормализации и одноточечной градуировки. Создание метода в программе «Хроматэк Аналитик».

Тема 5. Анализ реального объекта методом газовой хроматографии
Лабораторная работа 6. Разработка условий анализа для реального объекта.
Разработка условий хроматографического разделения для реального объекта. Оценка хроматографического разделения исследуемых соединений. Идентификация состава реального объекта методом газовой хроматомасс-спектрометрии.

Лабораторная работа 7. Разработка способа количественного анализа. Построение градуировочной зависимости содержания компонента. Оценка неопределенности разработанного метода количественного определения. Верификация методики количественного определения состава образца, оформление методики.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль успеваемости по дисциплине проводится путем проведения лабораторных работ, решения ситуационных задач, и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Зачет проводится в письменной форме по билетам. Билет содержит один теоретический вопрос, один практический вопрос, одну расчётную задачу. Продолжительность зачета 2,5 часа.

Примерный перечень теоретических вопросов

1. Пламенно-ионизационный детектор. Устройство, принцип работы, область применения.
2. Хроматографическое разделение в газожидкостной хроматографии. Процессы сорбции-десорбции молекул на поверхности нанесенной фазы, факторы, влияющие на разделение.
3. Количественный анализ в газовой хроматографии. Внутренняя нормализация: условия применения, расчетные формулы.

Пример практической задачи:

Дано: многокомпонентная смесь гексана, гептана, октана в нонане.

Требуется: подобрать условия хроматографического разделения: детектор, колонка, способ ввода.

Пример расчетной задачи:

Дано: в готовой лекарственной субстанции нормируют содержание метанола не более 0,3 масс.%.

Требуется: рассчитать навеску образца и подобрать объем разбавления для проведения количественного определения нормируемой примеси методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором и парафазным вводом пробы в испаритель.

Результаты зачета определяются оценками «зачтено» или «не зачтено».

«Зачтено» – студень владеет знаниями, полученными по время прохождения курса, может развернуто и полно с примерами ответить на вопрос, может ответить на дополнительные вопросы.

«Не зачтено» – студент не владеет знаниями, полученными во время прохождения курса, не способен привести основные определения, задачи курса.

11. Учебно-методическое обеспечение

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

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

а) основная литература:

– Практическая газовая и жидкостная хроматография [учебное пособие для студентов химических, биологических, экологических и медицинских специальностей вузов] [Б. В. Столяров, И. М. Савинов, А. Г. Витенберг и др.] ; С. -Петерб. гос. ун-т, 2002. - 610 с. рис. - Лабораторный практикум по газовой хроматографии учебно-методическое пособие по дисциплине "Газовая хроматография" для студентов химического факультета направлений подготовки 04.03.01 (020100) - Химия и специальности, 020201 - Фундаментальная и прикладная химия и специальности 04.05.01 (020201.65) - Фундаментальная и прикладная химия [сост. О. И. Сидорова, С. И. Галанов] ; Нац. исслед. Том. гос. ун-т, Хим. фак., 2016. - 87 с. ил., табл.

– Хроматография учебник/ В. Ю. Конюхов - СПб [и др.] Лань, 2012. - 222 с. рис. - URL: e.lanbook.com/book/4044

– Практическое руководство для лаборатории. Специальные методы [для химиков-лаборантов, химиков-технологов, химиков-инженеров, а также студентов и аспирантов соответствующих специальностей] : пер. с нем. языка 2-го изд. В. Р. Лесс, С. Экхардт, М. Кеттнер [и др. ; под ред. И. Г. Зенкевича, Н. А. Шурдубы, И. В. Болдырева] - СПб Профессия, 2011. - 470 с. табл., рис.

– Масс-спектрометрия в органической химии [учебное пособие для студентов старших курсов химических, биохимических, химико-технологических, биомедицинских и экологических специальностей] А. Т. Лебедев - М.: Техносфера, 2015. - 703 с. ил., табл.

б) дополнительная литература:

– Другов Ю.С., Родин А.А. Мониторинг органических загрязнений природной среды- СПб.: Наука, 2004. – 808 с

– ОФС.1.2.1.2.0004.15 Газовая хроматография - Государственная фармакопея XIV М.: 2018

– Арыстанбекова С.А., Волынский А.Б., Прудников И.А. Современные методы газохроматографического анализа нестабильного газового конденсата - М.: Газпром ВНИИГАЗ, 2011. – 180 с

в) ресурсы сети Интернет:

– Официальный youtube-канал компании «Интерлаб» [youtube.com/watch?v=ddC9rM8rN4I&list=PLz90xAoy8rjONXBFMADa8TIQY7GqnEYRo](https://www.youtube.com/watch?v=ddC9rM8rN4I&list=PLz90xAoy8rjONXBFMADa8TIQY7GqnEYRo)

– Официальный youtube-канал компании ЗАО «СКБ Хроматэк» [youtube.com/channel/UCIt9s6HAK7kgPqDbZ2NHU7Q](https://www.youtube.com/channel/UCIt9s6HAK7kgPqDbZ2NHU7Q)

– Официальный сайт компании Shimadzu, раздел Service/Support: shimadzu.com

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 On-eNote, 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 занятий семинарского типа, 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, оборудованные газовыми хроматографами, весами, вытяжными шкафами, приточной вентиляцией для проведения лабораторных работ.

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

15. Информация о разработчиках

Кургачев Дмитрий Андреевич, кандидат химических наук, лаборатория химико-физических методов анализа ТГУ, заместитель заведующего.

Понарин Никита Владимирович, лаборатория химико-физических методов анализа ТГУ, младший научный сотрудник.