

АННОТАЦИЯ К РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЕ ДИСЦИПЛИНЫ

«ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»

Направление подготовки 04.06.01 Химические науки
Направленность (профиль) подготовки «Аналитическая химия»
Уровень высшего образования Подготовка кадров высшей квалификации
Квалификация выпускника «Исследователь. Преподаватель-исследователь»
Форма обучения очная

1. ЦЕЛИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Целью освоения дисциплины является обучение аспирантов теоретическим и практическим основам хроматографических методов количественного анализа и идентификации веществ.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП ВО

Дисциплина «Хроматографические методы анализа» относится к вариативной части цикла дисциплин по направлению подготовки аспирантов 02.00.02 – аналитическая химия, информационно и логически связана со следующими дисциплинами:

- аналитическая химия
- современные проблемы химико-аналитического контроля
- масс-спектрометрические методы анализа
- валидация методик химического анализа

3. КОМПЕТЕНЦИИ ОБУЧАЮЩЕГОСЯ, ФОРМИРУЕМЫЕ В РЕЗУЛЬТАТЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

В результате освоения дисциплины обучающийся должен демонстрировать следующие результаты образования:

готовностью участвовать в работе российских и международных исследовательских коллективов по решению научных и научно-образовательных задач (УК-3);

способностью планировать и решать задачи собственного профессионального и личностного развития (УК-5).

способностью самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий (ОПК-1);

готовностью организовать работу исследовательского коллектива в области химии и смежных наук (ОПК-2);

готовностью к преподавательской деятельности по основным образовательным программам высшего образования (ОПК-3).

В результате освоения дисциплины обучающийся должен демонстрировать следующие результаты обучения: ПК-1 знать тенденцию развития современных методов химического анализа, ПК-2 владеть методологией выбора метода химического анализа применительно к различным объектам анализа, ПК-3 владеть навыками написания научных статей и представления научных докладов в области аналитической химии, ПК-4 уметь планировать научный эксперимент в области

аналитической химии, формулировать цели и задачи исследования, обрабатывать результаты эксперимента, обобщать и делать аргументированные выводы, ПК-5 уметь составлять критические обзоры по современным методам химического анализа, обобщать и формулировать цели научного исследования.

4. СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основные понятия и определения

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.

Теоретические основы хроматографии

Основные характеристики хроматографического процесса. Коэффициент распределения. Удерживаемый объем и время удерживания. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Коэффициент разделения. Разрешение.

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.

Размывание хроматографической зоны и его физические причины. Неравновесная хроматография. Основы концепции теоретических тарелок, связь с противоточным распределением. Число теоретических тарелок и эффективность колонки. Понятие ВЭТТ. Недостатки концепции теоретических тарелок.

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.

Газовая хроматография

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, 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.

Хромато-масс-спектрометрия. Области применения.

Жидкостная хроматография

Принцип метода. Определяемые вещества. Аналитические характеристики современной высокоэффективной 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. Силикагель, его структура и химия поверхности. Модифицированные силикагели, принципы их получения и свойства. Оксид алюминия и другие сорбенты в ЖАХ. Требования к ним. Подвижная фаза (элюент) и требования к ней. Элюирующая сила подвижной фазы, элюотропные ряды. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения в ЖАХ. Изократическое и градиентное элюирование. Влияние температуры на элюирование.

Нормально-фазовая ЖАХ на силикагеле. Модели удерживания и типы взаимодействия сорбата с поверхностью сорбента. Роль воды. Области применения нормально-фазовой ЖАХ.

Обращенно-фазовая хроматография на модифицированных сорбентах. Механизмы удерживания. Сольвофобная теория удерживания. Влияние структуры сорбатов на удерживание (дипольный момент, поляризуемость, объемы молекул, площадь гидрофобной поверхности). Влияние соотношения полярных и неполярных групп, внутримолекулярных связей и распределения электронной плотности в молекулах сорбата на их удерживание. Применение обращенно-фазовой ВЭЖХ.

Ионообменная хроматография. Сущность метода. Основные представления о механизме ионного обмена. Ионообменное равновесие. Константа равновесия, селективность, фактор разделения. Ряды селективности. Кинетика ионного обмена. Ионный обмен в неводных и смешанных средах.

Неорганические и органические ионообменники, их классификация. Комплексообразующие сорбенты. Физико-химические свойства ионообменников (обменная емкость, набухание, термическая и реакционная устойчивость). Синтез ионообменников.

Ионный обмен в колонках. Применение в анализе. Определение общей солевой концентрации, концентрирование микропримесей из разбавленных растворов. Разделение элементов с близкими химическими свойствами и аминокислот.

Ионная хроматография. Основы ионной хроматографии (ИХ). Сорбенты, требования к ним. Синтез сорбентов. Выбор сорбентов, размер частиц, матрица, функциональные группы. Время удерживания иона, его связь с коэффициентом селективности, обменной емкостью, объемом сорбента. Элюенты. Состав и элюирующая способность. Влияние pH и концентрации элюента на удерживание ионов. Аппаратура для ИХ, способы детектирования. Двухколоночная и одноколоночная ионная хроматография. Условия определения анионов и катионов. Примеры применения ИХ в анализе смесей неорганических и органических анионов и катионов.

Ион-парная хроматография. Сущность метода. Нормально-фазовая и обращенно-фазовая ион-парная хроматография. Применение в анализе органических и неорганических соединений.

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

Лигандобменная 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, подвижные фазы, требования к ним. Подвижные фазы. Противоточная хроматография. Примеры применения.

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.

Техника получения хроматограмм: восходящая, нисходящая, одномерная, двумерная и круговая. Электрофоретическая бумажная хроматография. Методы качественного и количественного анализа. Высокоэффективная ТСХ. Области применения.

Сверхкритическая флюидная хроматография

Сущность метода. Сверхкритические флюиды, основные их свойства (плотность, вязкость, коэффициент диффузии). Колонки, области применения. Сравнение методов ВЭЖХ, газовой и сверхкритической флюидной хроматографии.

Электросепарационные методы

Основные принципы электросепарационных разделений. Варианты методов: капиллярный зонный электрофорез, капиллярный изотахофорез, капиллярный гель-электрофорез, капиллярное изоэлектрофокусирование, мицеллярная электрокинетическая хроматография и капиллярная электрохроматография. Физико-химические основы. Аппаратура. Детекторы. Модифицирование капилляра. Области применения.

5. ВИД АТТЕСТАЦИИ

Зачет

6. КОЛИЧЕСТВО ЗАЧЕТНЫХ ЕДИНИЦ

3(108 ч)

Составитель: профессор кафедры химии Амелин В.Г.



Заведующий кафедрой химии Кухтин Б.А.



Председатель учебно-методической комиссии



Кухтин Б.А.

Директор института БиЭ Ильина М.Е.



Дата: 03 06 2015