

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Владимирский государственный университет  
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»  
(ВлГУ)



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по УМР

А.А.Панфилов

« 16 » 04 2015 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

ХРОМАТОГРАФИЯ

Направление подготовки 04.03.01 Химия  
Профиль подготовки  
Уровень высшего образования Бакалавриат  
Форма обучения Очная

Семестр	Трудоемкость зач. ед., час	Лекции, час	Лабораторн. работы, час	СРС, час.	Форма промежуточно го контроля (экз./зачет)
7	5, 180	36	36	72	Экзамен(36)
<i>Итого</i>	<i>5, 180</i>	<i>36</i>	<i>36</i>	<i>72</i>	<i>Экзамен(36)</i>

Владимир 20\_\_ г.

*Мед*

## 1. ЦЕЛИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

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

Задача дисциплины состоит в том, что на основании полученных теоретических знаний и практического овладения хроматографическими методами анализа, а также методами расчета результатов эксперимента, студенты могли правильно выбирать методы исследования веществ в соответствии с поставленной перед ними проблемой, разработать схему анализа, практически провести его и интерпретировать полученные результаты.

В результате изучения дисциплины обучающийся должен:

- понимать роль хроматографии и областей ее использования в химическом анализе;
- владеть метрологическими основами анализа;
- знать существо реакций и процессов, используемых в хроматографии;
- иметь представление об особенностях объектов хроматографического анализа;
- владеть методологией выбора хроматографических методов анализа, иметь навыки их применения.

## 2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП ВО

Дисциплина «Хроматография» относится к вариативной части учебного плана дисциплин по направлению подготовки 04.03.01 Химия (квалификация «бакалавр»), информационно и логически связана со следующими дисциплинами:

- аналитическая химия (методы анализа, пробоотбор и пробоподготовка, концентрирование и разделению);
- органическая химия (свойства органических веществ);
- физическая химия (сорбционные процессы);
- физика (оптика, атомная спектроскопия, электричество);
- математика (методы математической статистики).

Освоение данной дисциплины необходимо как предшествующее для следующих дисциплин: «Химический анализ объектов окружающей среды», «Химия специальных веществ», «Химия окружающей среды» (вариативная часть).

## 3. КОМПЕТЕНЦИИ ОБУЧАЮЩЕГОСЯ, ФОРМИРУЕМЫЕ В РЕЗУЛЬТАТЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

В результате освоения дисциплины обучающийся должен демонстрировать следующие результаты обучения:

**Знать:** нормы техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях (ОПК-6).

**Владеть:** способностью выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам (ПК-1);

навыками проведения химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций (ОПК-2);

базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований (ПК-2);

системой фундаментальных химических понятий (ПК-3);

навыками представления полученных результатов в виде кратких отчетов и презентаций (ПК-6);

методами безопасного обращения с химическими материалами с учетом их физико-химических свойств (ПК-7).

**Уметь:** использовать полученные знания теоретических основ фундаментальных разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1);

**Уметь:** использовать полученные знания теоретических основ фундаментальных разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1);  
 применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов (ПК-4);  
 использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности (ОПК-2).

#### 4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 зачетных единиц, 180 часов.

№	Разделы дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах)							Объем учебной работы, с применением интерактивных методов (в часах/%)	Формы текущего контроля успеваемости (по неделям семестра), форма промежуточной аттестации (по семестрам)	
				Лекции	Консультации	Семинары	Практические	Лабораторные	Контрольные	СРС			КП/КР
1.	Основные понятия и определения	7	1,2	4							12	2/50	
2.	Теоретические основы хроматографии	7	3-5	6							25	3/50	Рейтинг-контроль №1
3.	Газовая хроматография	7	6-10	10				15			13	5/20	
4.	Жидкостная хроматография	7	11-14	8				15			15	4/17	Рейтинг-контроль №2
5.	Сверхкритическая флюидная хроматография	7	15	2							5		
6.	Электросепарационные методы	7	16-17	6				6			2	2/17	Рейтинг-контроль №3
Итого						36		36			72	16/22	Экзамен (36)

Разделы дисциплины	Количество часов	Компетенции							Общее количество компетенций
		ПК-2	ПК-4	ПК-6	ПК-7	ПК-1	ОПК-1	ОПК-3	
1. Основные понятия и определения	20		+						1
2. Теоретические основы хроматографии	60		+				+	-	3
3. Газовая хроматография	30	+	+	+	+	+			5
4. Жидкостная хроматография	30	+	+	+	+	+			5
5. Сверхкритическая флюидная хроматография	20						+	-	2
6. Электросепарационные методы	20	+	+	+	+	+	+		6
Итого	180	3	5	3	3	3	3	2	22
Вес компетенции		0,4	0,7	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	

## Разделы дисциплины

### 1. 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.

### 2. 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.

### 3. 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.

### 4. 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.

#### **5. 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.

#### **6. 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. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ**

При изучении теоретического курса используются методы ИТ - применение компьютеров для доступа к интернет-ресурсам, использование обучающих программ для расширения информационного поля, обеспечения удобства преобразования и структурирования информации для трансформации её в знание.

Преподнесение теоретического материала осуществляется с помощью электронных средств обучения при непосредственном прочтении данного материала лектором.

Для оценки освоения теоретического материала студентами используются традиционные письменные и устные контрольные мероприятия (коллоквиумы, контрольные работы).

При освоении лабораторного практикума студентам предлагается индивидуальная работа и работа в малых группах, где каждый получает своё задание.

Лабораторные работы выполняются студентами по индивидуальным графикам согласно методическим указаниям к лабораторным работам, составленным по единому

Для оценки освоения теоретического материала студентами используются традиционные письменные и устные контрольные мероприятия (коллоквиумы, контрольные работы).

При освоении лабораторного практикума студентам предлагается индивидуальная работа и работа в малых группах, где каждый получает своё задание.

Лабораторные работы выполняются студентами по индивидуальным графикам согласно методическим указаниям к лабораторным работам, составленным по единому плану: перечень вопросов для подготовки к лабораторным работам, сущность методики методика проведения определения, список литературы.

Теоретические вопросы, касающиеся той или иной лабораторной работы готовятся студентами дома. Дополнительно для домашнего выполнения дается несколько задач для решения из учебника.

В лаборатории перед каждой работой преподавателем проводится допуск к лабораторной работе в виде устного опроса студентов и проверки домашнего задания (20-30 мин).

Студенты, получившие допуск, выполняют лабораторную работу согласно методике. Все работы заканчиваются анализом раствора с неизвестной концентрацией, выданным лаборантом. Выполняется не менее 3-х параллельных определений. Результаты обрабатываются методом математической статистики. Оформляется отчет по работе. Результаты анализа и допуска к работе оцениваются преподавателем по пятибалльной системе.

## **6. ОЦЕНОЧНЫЕ СРЕДСТВА ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ УСПЕВАЕМОСТИ, ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ИТОГАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ И УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ**

### **Рейтинг-контроль №1**

1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 15,3 мин, а другого 16,3 мин?
2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 19,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29,3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 210 сек, а время удерживания гептана 70 сек (температура кипения 68,8 град), гексана 120 сек (температура кипения 98,5 град)?
4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола (площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 5,3 мин, а другого 6,3 мин?

2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 19,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29,3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек (температура кипения 68,8 град), гексана 120 сек (температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,15 г продукта на содержание бензола и фенола (площади пиков равны 3,6 и 5,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 5,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,05 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 6,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 12 мин, второго 13 мин, ширина основания пиков: первого – 13 сек, второго 18 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 15 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29,3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек (температура кипения 68,8 град), гексана 120 сек (температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола (площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 130 сек, а другого 152 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 20,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29,3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек (температура кипения 68,8 град), гексана 120 сек (температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,20 г продукта на содержание бензола и фенола (площади пиков равны 4,6 и 3,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,18 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 11 мин, второго 18 мин, ширина основания пиков: первого – 13 сек, второго 18 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 23,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29,3 мин. Определите, что это за



- соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 7,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площади хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 5,3. Внутренний стандарт 0,05 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.

### Рейтинг-контроль №2

1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 5,3 мин, а другого 7,3 мин?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 16,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,14 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 4,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,07 г площадь хроматографического пика бензола равна 5,8; фенола 4,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
- 
1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 120 сек, второго 130 сек, ширина основания пиков: первого –13 сек, второго 18 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 18,3 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
- 
1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 11,3 мин, а другого 12,3 мин?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 17,6 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за

соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?

3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,20 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 7,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,09 г площадь хроматографического пика бензола равна 5,8; фенола 6,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 11 мин, второго 3 мин, ширина основания пиков: первого –10 сек, второго 11 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 17,7 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 1,3 мин, а другого 1,6 мин?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 25,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,12 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 9,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 4,3. Внутренний стандарт 0,05 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 11,2 мин, второго 12,3 мин, ширина основания пиков: первого –11 сек, второго 19 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 17,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?

3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарт использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.

### Рейтинг-контроль №3

1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 1,3 мин, а другого 6,3 мин?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 16,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,18 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 4,2 и 6,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,07 г площадь хроматографического пика бензола равна 5,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
- 
1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 1,2 мин, второго 1,3 мин, ширина основания пиков: первого –11 сек, второго 19 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 17,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град ), гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
- 
1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 6,3 мин, а другого 1,3 мин?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 18,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?

3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град) , гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,18 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 6,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,8 г площадь хроматографического пика бензола равна 7,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 2 мин, второго 13 мин, ширина основания пиков: первого –13 сек, второго 1 сек?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 21,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град) , гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.
1. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 8,3 мин, а другого 6,3 мин?
  2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 22,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29, 3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?
  3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек ( температура кипения 68,8 град) , гексана 120 сек ( температура кипения 98,5 град)?
  4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,15 г продукта на содержание бензола и фенола ( площади пиков равны 7,2 и 3,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,55 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.

#### Вопросы к экзамену

1. В чем преимущества элюентной хроматографии перед фронтальной и вытеснительной?
2. Почему предпочитают использовать величину исправленного объема удерживания, а не удерживаемого объема?
3. Какие величины характеризуют эффективность хроматографической колонки? Как ее повысить?
4. Как оценивают эффективность разделения в хроматографии?

5. Почему выражение  $V'_R = DV_s$  считают основным уравнением хроматографии?
6. Какие числовые значения может принимать величина  $H$ ? Каково теоретически минимальное значение?
7. Объясните, почему при больших объемах элюирования хроматографические пики получаются низкими и широкими?
8. Найдите длину хроматографической колонки, если  $H = 0,1$  мм, а  $N = 10000$ .
9. Как влияет скорость потока на эффективность хроматографической колонки?
10. Постройте график зависимости величины  $H$  от скорости потока в газовой и жидкостной хроматографии.
11. Предложите практические рекомендации для успешного разделения двух веществ исходя из теории теоретических тарелок, кинетической теории и основного уравнения хроматографии  $V'_R = DV_s$ .
12. Почему нежелательны слишком высокие и очень низкие значения коэффициентов распределения?
13. Площадь перекрывания пиков двух веществ с равными концентрациями при  $R_S = 1,0$  составляет  $\sim 2\%$  от их общей площади: при каком значении  $R_S$  перекрывание уменьшится до  $\sim 0,1\%$ ?
14. В каких случаях можно добиться удовлетворительного разделения двух веществ, если  $a \leq 1,1$  или  $-a \geq 5$ ?
15. Какие хроматографические условия надо менять, чтобы уменьшить вклад в величину  $H$  трех составляющих уравнения Ван-Деемтера?
16. Какие хроматографические параметры можно использовать для идентификации компонентов смеси?
17. Укажите возможности и ограничения разных количественных методов хроматографического анализа.
18. Назовите источники систематических погрешностей при хроматографических определениях.
19. Какие вещества обычно служат образцами сравнения при определении индекса Ковача?
20. Почему результаты идентификации веществ более надежны, если использовать индексы удерживания, а не удерживаемый объем?
21. При анализе смеси из трех компонентов методом газожидкостной хроматографии два оператора независимо друг от друга получили хроматограммы. Как подтвердить наличие одинаковых компонентов в смесях по полученным хроматограммам? Как оформляют хроматограммы и какие данные должны быть в подписях к ним?
22. Что такое градиентное элюирование, какое оно дает преимущество?
23. Предложите условия разделения  $n$ -углеводородов и ароматических соединений методом газожидкостной хроматографии. Какие неподвижные фазы и максимальные рабочие температуры нужно рекомендовать?
24. Как вы относитесь к следующему утверждению: газожидкостная хроматография один из лучших хроматографических методов анализа неорганических веществ? Ответ поясните.
25. Какой детектор вы выбрали бы при анализе объектов окружающей среды на содержание пестицидов? Укажите условия приготовления образца и проведения газохроматографического разделения.
26. Какова роль основных узлов в газовом и жидкостном хроматографах высокого давления? Что общего и каковы принципиальные отличия?
27. Сравните роль подвижных фаз в газожидкостной и жидкостной хроматографии.
28. Какова роль полярности подвижной фазы при разделении органических соединений, например при разделении изомеров бензола?

29. Какой вариант высокоэффективной жидкостной хроматографии вы выбрали бы при разделении аминов, спиртов, *n*-углеводородов; нормально- или обращенно-фазовый? Предложите схему хроматографического разделения.
30. Предложите условия хроматографического разделения смесей: 1) аминокислот; 2)  $Al^{3+}$ ,  $Co(II)$ ,  $Fe(III)$ ,  $Cu(II)$ ; 3)  $Na^+$ ,  $K^+$  и  $Ca^{2+}$  методами ионообменной и ионной хроматографии.
31. В чем разница между химически модифицированными и динамически модифицированными сорбентами? Роль модификаторов? Приведите примеры.
32. Какими детекторами надо пользоваться в ионообменной, ионной и ион-парной хроматографии при разделении органических и неорганических веществ?
33. Что такое программирование температуры, почему оно позволяет улучшать разделение?
34. Какова последовательность элюирования  $C_6H_{14}$ ,  $C_{10}H_{22}$  и  $C_{14}H_{30}$  с временем удерживания 14,0; 12,5; 10,8 с в условиях высокоэффективной жидкостной хроматографии с нормальными и обращенными стационарными фазами?
35. Каковы преимущества двухмерной хроматографии перед простой одномерной бумажной или ТСХ?
36. Как идентифицировать пятна органических соединений в методе ТСХ?
37. Как выполнить количественный анализ в методе ТСХ?

### Задания для СРС

1. Чему равно разрешение двух хроматографических пиков при времени удерживания первого 2 мин, второго 13 мин, ширина основания пиков: первого – 13 сек, второго 18 сек?

2. Неизвестное соединение имеет время удерживания 21,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29,3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?

3. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек (температура кипения 68,8 град), гексана 120 сек (температура кипения 98,5 град)?

4. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,10 г продукта на содержание бензола и фенола (площади пиков равны 3,2 и 8,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,055 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.

5. Чему равен коэффициент селективности при времени удерживания одного соединения 8,3 мин, а другого 6,3 мин?

6. Неизвестное соединение имеет время удерживания 22,5 мин. Время удерживания для гексана и гептана равно соответственно 13,7 и 29,3 мин. Определите, что это за соединение, если индексы Ковача для бензола 650, изопрена 500,2, октана 800, диметилгексана 736,6, триметилпентана 710,6, метилпентана 772,7?

7. Определите температуру кипения предельного углеводорода, если его время удерживания равно 380 сек, а время удерживания гептана 70 сек (температура кипения 68,8 град), гексана 120 сек (температура кипения 98,5 град)?

8. С помощью газовой хроматографии проведен анализ 0,15 г продукта на содержание бензола и фенола (площади пиков равны 7,2 и 3,4). В качестве внутреннего стандарта использован циклогексан. В стандартной смеси этих веществ 0,08 г площадь хроматографического пика бензола равна 6,8; фенола 3,6; циклогексана – 6,3. Внутренний стандарт 0,55 г, введенный в анализируемую смесь, имеет площадь хроматографического пика 4,2. Определите содержание бензола и фенола в продукте.

### Перечень лабораторных работ

1. Идентификация соединений методом тонкослойной хроматографии.
1. Идентификация соединений методом газовой хроматографии.
2. Определение консервирующих добавок и антиоксидантов безалкогольных напитков методом капиллярного зонного электрофореза
3. Определение хлорорганических пестицидов в воде методом газожидкостной хроматографии.
4. Определение катионов в воде методом капиллярного зонного электрофореза.
5. Определение анионов в воде методом капиллярного зонного электрофореза.
6. Определение летучих галогеноорганических соединений в воде методом газожидкостной хроматографии.

## 7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ

### ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

№ п/п	Название и выходные данные (автор, вид издания, издательство, издания, количество страниц)	Год издания	Количество экземпляров в библиотеке университета	Наличие в электронной библиотеке ВлГУ	Количество студентов, использующих указанную литературу	Обеспеченность студентов литературой, %
1	2	3	4	5	6	7
<b>Основная литература</b>						
1	Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс] : учеб. пособие / Ю.М. Серов, В.Ю. Конюхов, А.Ю. Крюков, З.В. Псху, К.Н. Жаворонкова. - М. : Издательство РУДН, 2012. 120 с.	2012	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html">http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html</a>	20	100
2	Мосягин П.В., Крылов В.А. Газохроматографическое определение органических токсикантов в воде. Электронное учебно-методическое пособие. - Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. - 64 с.	2012	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/www.window.edu.ru">http://www.studentlibrary.ru/book/www.window.edu.ru</a>	20	100
<b>Дополнительная литература</b>						
1	Гиндуллина Т.М. Хроматографические методы анализа: учебно-методическое пособие / Т.М. Гиндуллина, Н.М.	2010	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/www.window.edu.ru">http://www.studentlibrary.ru/book/www.window.edu.ru</a>	20	100

	Дубова - Томск. Изд-во Томского политехнического университета, 2010. - 80 с.					
2	Яшин Я.И., Яшин Е.Я, Яшин А.Я. Газовая хроматография. М.: ТрансЛит, 2009. 528с.	2009	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/www.window.edu.ru">http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru</a>	20	100
3	Колб Б. Газовая хроматография с примерами и иллюстрациями: учебник. Изд. 2-е перераб. и доп. Самара: Изд-во Самарского университета, 2007. 247с.	2007	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/www.window.edu.ru">http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru</a>	20	100
	Кристиан Г. Аналитическая химия: в 2 томах. / пер. с англ. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. - N.1- 623 с., Т. 2. - 504 с.	2009	-	<a href="http://www.studentlibrary.ru/book/www.window.edu.ru">http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru</a>	20	100

## 8. МАТЕРИАЛЬНО - ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

### 1. Теоретический курс.

лекции: презентации (диск)

### 2. Практикум

1. Весы аналитические, технические.
2. Газовый хроматограф «Кристалл» с детекторами по теплопроводности, электронному захвату и капиллярными колонками.
3. Система капиллярного электрофореза «Капель»
4. Оборудование для тонкослойной хроматографии



Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению 04.03.01 Химия

Рабочую программу составил Амелин В.Г. д.х.н. проф. Амелин В.Г.

Рецензент

Большаков Д.С. к.х.н., ст.н.с. лаборатории химического анализа ФГБУ ВНИИЗЖ  
Большаков Д.С.

Программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры Химии  
протокол № 7/1 от 14.04. 2015 года.

Заведующий кафедрой Кухтин Б.А. Кухтин Б.А.

Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании учебно-методической  
комиссии направления 04.03.01 Химия  
протокол № 7/1 от 16.04. 2015 года.

Председатель комиссии Кухтин Б.А.

**Лист переутверждения  
рабочей программы дисциплины**

Рабочая программа одобрена на 2015/2016 учебный год Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Протокол заседания кафедры № 1 от 31.08.15 года.

Заведующий кафедрой Куртин

Рабочая программа одобрена на 2016/2017 учебный год Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Протокол заседания кафедры № 1/1 от 5.09.16 года.

Заведующий кафедрой Куртин

Рабочая программа одобрена на \_\_\_\_\_ учебный год Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_

Протокол заседания кафедры № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ года.

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_