

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

Институт биологии и экологии



РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

ХРОМАТОГРАФИЯ

направление подготовки / специальность

04.03.01 Химия

направленность (профиль) подготовки

химический анализ, химическая и экологическая экспертиза объектов окружающей среды

г. Владимир
2021 год

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 необходимо:

- понимать роль хроматографии и областей ее использования в химическом анализе;
- владеть метрологическими основами анализа;
- знать существо реакций и процессов, используемых в хроматографии.

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»)

3. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения ОПОП (компетенциями и индикаторами достижения компетенций)

Формируемые компетенции (код, содержание компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине, в соответствии с индикатором достижения компетенции		Наименование оценочного средства
	Индикатор достижения компетенции (код, содержание индикатора)	Результаты обучения по дисциплине	
ПК-6 Способен производить лабораторные исследования, анализы отобранных проб и образцов для оценки экологического состояния объектов	ПК-6.1 Знает основы физико-химических методов исследования объектов окружающей среды; ПК-6.2. Умеет производить лабораторные исследования, замеры, анализы отобранных природных образцов; рассчитывать предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ техногенного характера; работать на аналитическом лабораторном оборудовании; ПК-6.3 Владеет методами проведения экологического мониторинга	<i>Знает:</i> способы отбора проб объектов окружающей среды <i>Умеет:</i> проводить лабораторные исследования, анализы отобранных проб и образцов для оценки экологического состояния объектов <i>Владеет:</i> методами проведения экологического мониторинга	Вопросы

4. ОБЪЕМ И СТРУКТУРА ДИСЦИПЛИНЫ

Трудоемкость дисциплины составляет 4 зачетных единиц, 144 часов

**Тематический план
форма обучения – очная**

№ п/п	Наименование тем и/или разделов/тем дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Контактная работа обучающихся с педагогическим работником				Самостоятельная работа	Формы текущего контроля успеваемости, форма промежуточной аттестации (по семестрам)
				Лекции	Практические занятия ¹	Лабораторные работы	в форме практической подготовки ²		
1	Основные понятия и определения	5	1,2	2				12	
2	Теоретические основы хроматографии	5	3-5	4				10	Рейтинг-контроль № 1
3	Газовая хроматография	5	6-10	12		18		20	
4	Жидкостная хроматография	5	11-14	12		18		20	Рейтинг-контроль № 2
5	Хромато-масс-спектрометрия	5	15-18	6				10	Рейтинг-контроль № 3
Всего за 5 семестр:		144		36		36		72	
Наличие в дисциплине КП/КР									
Итого по дисциплине		144		36		36		72	Зачет

4. ОБЪЕМ И СТРУКТУРА ДИСЦИПЛИНЫ

Содержание лекционных занятий по дисциплине

Раздел 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.

Раздел 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. 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.

Раздел 3. Газовая хроматография

Тема 1. 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.

Тема 2. Качественный газо-хроматографический анализ. Идентификация веществ на основе величины удерживания. Метод тестеров. Индексы удерживания Ковача. Источники погрешностей при их определении. Методика количественной газовой хроматографии.

Раздел 4. Жидкостная хроматография

Тема 1. 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.

Тема 2. 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.

Раздел 5. Хромато-масс-спектрометрия

Тема 1. Принцип метода. Определяемые вещества. Аналитические характеристики современной высокоэффективной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ВЭЖХ/МС). Аппаратура для жидкостной хроматографии. Жидкостные хроматографы (колоночные, капиллярные). Насосы. Вводы проб. Колонки. Детекторы и их выбор. Подготовка пробы.

Содержание лабораторных занятий по дисциплине

Раздел 3. Газовая хроматография

Определение хлорированных углеводов в питьевой воде методом газожидкостной хроматографии с детектором по электронному захвату.

Определение хлорорганических пестицидов в воде методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов.

Раздел 4. Жидкостная хроматография

Определение фторхинолонов в пищевых продуктах методом ВЭЖХ/МС/МС

Определение пенициллинов в молоке методом ВЭЖХ/МС/МС

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

Текущий контроль успеваемости (рейтинг-контроль 1, рейтинг-контроль 2, рейтинг-контроль 3)

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 площадь 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 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.

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 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.

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.

Промежуточная аттестация по итогам освоения дисциплины (зачет),

контрольные вопросы для подготовки к зачету:

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?

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов

Самостоятельная работа студентов заключается в изучении вопросов, предусмотренных для самостоятельного изучения, подготовке к практическим занятиям и решению задач на них, а также в подготовке к текущему контролю знаний и промежуточной аттестации.

Контрольные вопросы для самостоятельного изучения:

1. Какие хроматографические условия надо менять, чтобы уменьшить вклад в величину H трех составляющих уравнения Ван-Деемтера?
2. Какие хроматографические параметры можно использовать для идентификации компонентов смеси?
3. Укажите возможности и ограничения разных количественных методов хроматографического анализа.
4. Назовите источники систематических погрешностей при хроматографических определениях.
5. Какие вещества обычно служат образцами сравнения при определении индекса Ковача?
6. Почему результаты идентификации веществ более надежны, если использовать индексы удерживания, а не удерживаемый объем?
7. 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?
8. Что такое градиентное элюирование, какое оно дает преимущество?
9. Предложите условия разделения n -углеводородов и ароматических соединений методом газожидкостной хроматографии. Какие неподвижные фазы и максимальные рабочие температуры нужно рекомендовать?
10. Как вы относитесь к следующему утверждению: газожидкостная хроматография один из лучших хроматографических методов анализа неорганических веществ? Ответ поясните.
11. Какой детектор вы выбрали бы при анализе объектов окружающей среды на содержание пестицидов? Укажите условия приготовления образца и проведения газохроматографического разделения.

Для успешного выполнения самостоятельной работы студентам рекомендуются следующие учебно-методические источники:

Амелин В.Г. Хроматография. Учеб.- метод. пособие. Изд-во ВлГУ, 2014 г. 120 с.

Фонд оценочных средств для проведения аттестации уровня сформированности компетенций обучающихся по дисциплине оформляется отдельным документом.

6. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

6.1. Книгообеспеченность

Наименование литературы: автор, название, вид издания, издательство	Год издания	КНИГООБЕСПЕЧЕННОСТЬ	
		Количество экземпляров изданий в библиотеке ВлГУ в соответствии с ФГОС ВО	Наличие в электронной библиотеке ВлГУ
1	2	3	4
Основная литература			
Основы аналитической химии. В 2-х кн. /Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высш. шк., 2005.	2005	50	http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html
Хроматографические методы анализа. Учеб. пособие / Ю.М. Серов, В.Ю. Конюхов, А.Ю. Крюков, З.В. Пеху, К.Н. Жаворонкова. - М. : Издательство РУДН, 2012.- 120 С.	2012	-	http://www.studentlibrary.ru
Мосягин П.В., Крылов В.А. Газохроматографическое определение органических токсикантов в воде. Электронное учебно-метод. - Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. - 64 С.	2012	-	http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785209035749.html
Дополнительная литература			
Гиндулина Т.М. Хроматографические методы анализа: учебно-методическое пособие / Т.М. Гиндулина, Н.М. Дубова - Томск: Изд-во Томского политех. ун-та, 2010. - 80 С.	2005	-	http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru
Яшин Я.И., Яшин Е.Я, Яшин А.Я. Газовая хроматография. М.: ТрансЛит, 2009. - 528 С.	2009	-	http://www.studentlibrary.ru/book www.window.edu.ru

6.2. Периодические издания

Журнал аналитической химии.

Масс-спектрометрия.

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

6.3. Интернет-ресурсы

<http://anchem.ru>

<http://chemistry.narod.ru>

7. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Для реализации данной дисциплины имеются специальные помещения для проведения занятий лекционного типа - 331-1, лабораторные работы проводятся в лаборатории физико-химических методов анализа - 429-1.

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

(ФИО, подпись)

Рецензент

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

(место работы, должность, ФИО, подпись)

Программа рассмотрена и одобрена на заседании кафедры химии

Протокол № 10 от 25.06.2021 года

Заведующий кафедрой Кухтин Кухтин Б.А.

(ФИО, подпись)

Рабочая программа рассмотрена и одобрена на заседании учебно-методической комиссии направления 04.03.01 Химия

Протокол № 10 от 25.06.2021 года

Председатель Кухтин Кухтин Б.А.

**ЛИСТ ПЕРЕУТВЕРЖДЕНИЯ
РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЫ ДИСЦИПЛИНЫ**

Рабочая программа одобрена на _____ учебный год
Протокол заседания кафедры № _____ от _____ года
Заведующий кафедрой _____

Рабочая программа одобрена на _____ учебный год
Протокол заседания кафедры № _____ от _____ года
Заведующий кафедрой _____

Рабочая программа одобрена на _____ учебный год
Протокол заседания кафедры № _____ от _____ года
Заведующий кафедрой _____

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

в рабочую программу дисциплины

Хроматография

образовательной программы направления Направление подготовки **04.03.01 Химия**
Профиль/программа подготовки **Химический анализ, химическая и экологическая
экспертиза объектов окружающей среды**(бакалавриат)

Номер изменения	Внесены изменения в части/разделы рабочей программы	Исполнитель ФИО	Основание (номер и дата протокола заседания кафедры)
1			
2			

Зав. кафедрой _____ / _____
Подпись *ФИО*