

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана

А. С. Князев

Рабочая программа дисциплины

Хроматография

по направлению подготовки

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

**Химические и физические методы исследований в экологической и
криминалистической экспертизе**

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2023

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

К.А. Дычко

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина

Томск – 2023

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины

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.

ПК-2 Способен к решению профессиональных производственных задач.

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

ИПК 2.1 Анализирует имеющиеся нормативные документы по системам стандартизации, разработки и производству химической продукции и предлагает технические средства для решения поставленных задач

ИПК 2.2 Производит оценку применимости стандартных и/или предложенных в результате НИР технологических решений на применимость с учетом специфики изучаемых процессов

2. Задачи освоения дисциплины

- Изучить важнейшие приемы газохроматографического анализа соединений, устройство и назначение элементов оборудования;
- Освоить технику газовой хроматографии;
- Научиться воспроизводить и творчески модифицировать известные методики и подходы для достижения целей анализа сложных смесей, упрощения, ускорения и удешевления процедуры ГХ-анализа.

3. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к Блоку 1 «Дисциплины (модули)».

Дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, предлагается обучающимся на выбор. Дисциплина входит в модуль Дисциплины (модули) по выбору 1 (ДВ.1).

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

Третий семестр, экзамен

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: «Неорганическая химия», «Физическая химия», «Аналитическая химия», «Органическая химия», где обучающиеся приобретают необходимые профессиональные компетенции по атомно-молекулярной теории строения соединений, образования химических связей, а также принципам и методам аналитической химии (приемы анализа и количественного определения соединений).

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 з.е., 108 часов, из которых:

-лекции: 12 ч.

-лабораторные: 20 ч.

в том числе практическая подготовка: 20 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины, структурированное по темам

Тема 1. Сущность газовой хроматографии, области её применения и аппаратное оформление

История возникновения хроматографии. Сущность хроматографии. Основные виды хроматографии и области ее применения. Сведения об аппаратуре. Физико-химические основы детектирования, детекторы и их характеристики. Основные характеристики удерживания.

Тема 2. Теоретические основы газовой хроматографии

Теория равновесной газовой хроматографии, уравнение материального баланса. Теория неравновесной газовой хроматографии. Причины размывания хроматографических полос. Теория тарелок Мартина. Теория критерия разделения Жуховицкого и Туркельтауба. Высота, эквивалентная теоретической тарелке. Способы определения числа теоретических тарелок.

Теория эффективной диффузии. Эффективный коэффициент диффузии. Уравнение Ван-Деемтера и его анализ. Факторы, влияющие на эффективность хроматографической колонки.

Применение газовой хроматографии при изучении механизмов химических реакций в органической химии. Определение кинетических и термодинамических параметров.

Газовая хроматография с программированием температуры и расхода газа-носителя.

Препаративная газовая хроматография. Устройство и принципы работы препаративного хроматографа. Применение препаративной хроматографии в органической и фармацевтической химии.

Тема 3. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография

Сущность и особенности процессов распределения в газо-адсорбционной хроматографии. Адсорбенты, используемые в газо-адсорбционной хроматографии. Особенности физико-химических процессов в газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ). Носители в ГЖХ, их классификация, характеристики, способы модифицирования. Неподвижная жидкая фаза (НФ). Требования к НФ. Способы нанесения НФ на носитель, приготовление колонок. Полярность и селективность фазы. Характеристики наиболее распространенных НФ и области их применения.

Тема 4. Качественный и количественный газохроматографический анализ

Качественный газохроматографический анализ. Эталоны. Графические зависимости при идентификации. Система индексов удерживания Ковача, относительные параметры удерживания. Метод селективного вычитания и сдвига.

Количественный газохроматографический анализ. Метод абсолютной калибровки, метод простой нормировки, внутренняя нормировка с калибровочными коэффициентами (их физический смысл). Метод контролируемой внутренней нормализации. Метод внутреннего стандарта, метод стандартной добавки. Источники ошибок в хроматографическом анализе.

Тема 5. Капиллярная хроматография. Комбинированные физико-химические методы

Капиллярная хроматография. Уравнение Голея и его анализ. Капиллярные колонки, способы их приготовления. Капиллярные колонки со сшитыми и привитыми формами. Капиллярные колонки с толстым слоем НЖФ, поликапиллярные колонки. Пиролитическая газовая хроматография с использованием капиллярных колонок. Области применения капиллярной хроматографии.

Сочетание газовой хроматографии с ИК-спектроскопией и масс-спектрометрией.

Основы масс-спектрометрии. Способы ионизации молекул. Устройство масс-спектрометра. Основные закономерности фрагментации органических соединений. Хромато-масс-спектрометрия и её применение для анализа сложных смесей органических соединений, растительного и природного сырья.

Тема 6. Методы концентрирования в газовой хроматографии. Газохроматографический анализ объектов химической экспертизы

Сорбционное концентрирование, твердофазная экстракция, современные варианты ускоренной жидкостной экстракции. Анализ равновесной паровой фазы, динамическая газовая экстракция. Применение газовой хроматографии для определения различных типов взрывчатых и отравляющих веществ, супертоксикантов. Газохроматографическое определение качества нефтепродуктов, пищевой и алкогольной продукции, природных и синтетических наркотических веществ, и других объектов криминалистической экспертизы.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, тестов по лекционному материалу, составления отчетов по лабораторным работам, индивидуальных заданий (рефератов) и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Экзамен в седьмом семестре проводится в письменной форме по билетам.

Экзаменационный билет состоит из двух вопросов. Продолжительность экзамена 1,5 часа.

Первый вопрос проверяет ПК-1. Ответ на вопрос дается в развернутой форме.

Второй вопрос проверяет ПК-2. Ответ на вопрос предполагает теоретическое введение, дополненное примерами практического характера.

Пример экзаменационного билета

1. Принципиальная схема устройства газового хроматографа. Типы хроматографических приборов лабораторного, промышленного и специального назначения. Детекторы и хроматографические колонки.
2. Метод внутреннего стандарта в количественном анализе наркотических веществ.

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Оценка «отлично» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении компетенций и достижении всех запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «отлично»:

- умеет прогнозировать результаты несложных хроматографических разделений и осуществлять их по предлагаемой методике (ИПК 1.1.);

- способен проанализировать по предлагаемой методике простую смесь веществ (ИПК 1.2, ИПК 1.3);
- знает принципы определения причин неудачного хроматографического разделения (ИПК 2.1, ИПК 2.2).

Оценка «хорошо» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении компетенций и достижении ряда запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «хорошо»:

- умеет составлять протоколы процессов разделения с использованием знаний основных сред разделения (сорбентов) и классов разделяемых соединений (ИПК 1.1);
- знаком с принципами количественного анализа (ИПК 1.2, ИПК 1.3);
- различает виды устройств для ввода пробы (ИПК 2.2).

Оценка «удовлетворительно» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении части компетенций и достижении ряда запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «удовлетворительно»:

- умеет интерпретировать результаты разделения относительно простых по составу образцов (ИПК 1.1);
- знаком с принципами качественного анализа (ИПК 1.2.);
- различает виды наиболее популярных детекторов (ИПК 1.3)

Оценка «неудовлетворительно» ставится при частичном прохождении этапов текущего контроля, освоении части компетенций и достижении минимального набора запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «неудовлетворительно»:

- умеет классифицировать виды хроматографии – газовая, жидкостная, тонкослойная и т.д. (ИПК 1.2.);
- классифицирует виды сорбентов (ИПК 1.3.);
- знает алгоритм хроматографического определения (ИПК 1.2);

Результаты контроля текущей успеваемости влияют на оценку, полученную студентом на экзамене. В случае наличия «не зачтено» по одному или нескольким элементам контроля текущей успеваемости экзаменационная оценка снижается на 1 или 2 балла.

11. Учебно-методическое обеспечение

а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» - <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=22098>

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

в) Методические указания по проведению лабораторных работ.

г) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

д) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

а) основная литература:

– Конюхов В. Ю. Хроматография: учебник / В. Ю. Конюхов. – Санкт-Петербург [и др.]. – Лань, 2012. – 222 с. – URL: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4044

- Хайвер К. и др. Высокоэффективная газовая хроматография // Пер. с англ./ К. Хайвер [и др.]. – 1993. 134 с. – URL: <http://www.anchem.ru/chromos/vegh.pdf>
- Жебентяев А. И. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа: [учебное пособие для студентов учреждений высшего образования Беларуси по фармацевтическим и химическим специальностям] / А. И. Жебентяев [и др.]. – Минск Новое знание. – 360 с. – (Электронно-библиотечная система "Znaniium.com").
- Столяров Б. В., Савинов И. М., Витенберг А. Г. Руководство к практическим работам по газовой хроматографии. – Л. : Химия, 1988. – 336 с.
- Король А. Н. Неподвижные фазы в газо-жидкостной хроматографии. – М.: Химия, 1985. – 240 с.
- Тесаржик К., Комарек К. Капиллярные колонки в газовой хроматографии. – М.: Мир, 1987. – 222 с.

б) дополнительная литература:

- Царев Н. И. Практическая газо-жидкостная хроматография: Учебное пособие / Н. И. Царев, В. И. Царев, И. Б. Катраков; Алтайский гос. ун-т. – Барнаул: Издательство Алтайского государственного университета, 2000. – 163с. – URL: <http://sun.tsu.ru/limit/2016/000115901/000115901.pdf>
- Гольберт К.А., Вигдергауз М.С. Введение в газовую хроматографию. – М.: Химия, 1990 – 352 с.
- Яшин Я. И., Яшин Е. Я., Яшин А. Я. Газовая хроматография. – М.: ТрансЛит – 2009. – 528 с.
- Киселев А. В. Межмолекулярные взаимодействия в адсорбции и хроматографии. – М. : Высшая школа, 1986. – 360 с.
- Другов Ю. С., Зенкевич И. Г., Родин А. А. Газохроматографическая идентификация загрязнений воздуха, воды, почвы и биосред. – М.: БИНОМС, 2005. – 752 с.

в) ресурсы сети Интернет:

- Химический портал. Хроматография – <http://orgchemlab.com/chromatography.html>
- Российский химико-аналитический портал – <http://www.anchem.ru/>
- Статистика в аналитической химии – <http://chemstat.com.ru/>
- Лекции по хроматографии онлайн (англ.) – <https://www.khanacademy.org/science/organic-chemistry>

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 ZNANIUM.com – <https://znaniium.com/>
- ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

в) профессиональные базы данных (при наличии):

– База данных NIST – <https://webbook.nist.gov/chemistry/>

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.

Специализированные хроматографические лаборатории, оснащенные газовыми хроматографами «Хром-5», «МАЭСТРО 7820», «Agilent 6890N» с приставкой для парофазного анализа «7694E Headspace Sampler», ГХ/МС системой «Agilent 7890/5975C GC/MS».

Лаборатория физических методов исследования (аудитория 103 6-го учебного корпуса ТГУ).

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

15. Информация о разработчиках

Слизов Юрий Геннадьевич, канд. хим. наук, доцент, кафедра органической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, зав. кафедрой.

Бугаева Александра Игоревна, канд. хим. наук, кафедра органической химии химического факультета Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент