

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Институт химии

УТВЕРЖДАЮ

Директор Института химии
д.х.н., профессор Федотова О.В.


"23" 08 2018 г.

Рабочая программа дисциплины

Хроматографические методы анализа

Направление подготовки 18.03.01 – Химическая технология

Профиль подготовки

Химическая технология природных энергоносителей и углеродных
материалов



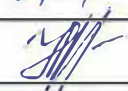
Квалификация (степень) выпускника

Бакалавр

Форма обучения

очная

Саратов,
2018

Статус	ФИО	Подпись	Дата
Преподаватель-разработчик	Никифоров Игорь Александрович		30.08.18
Председатель НМК	Крылатова Яна Георгиевна		30.08.18
Заведующий кафедрой	Кузьмина Раиса Ивановна		30.08.18
Специалист Учебно-го управления			

1. Цели освоения дисциплины

Цель изучения дисциплины заключается в формировании у обучающихся компетенций, связанных с базовыми знаниями в области хроматографии углеводородов и умениями проводить анализ сложных смесей.

2. Место дисциплины в структуре ООП бакалавриата

Курс - «Хроматографические методы анализа углеводородов» читается в 7 семестре и является продолжением образования студентов-химиков в области анализа химических объектов. При составлении программы учитывалась преемственность и взаимосвязь курса с общетеоретическими и общеинженерными, а также специальными дисциплинами. Курсу предшествует изучение аналитической химии, физической химии, общей химической технологии.

Освоение дисциплины как предшествующей необходимо для освоения курса «Химическая технология топлив и углеводородных материалов» и для выполнения дипломного проекта.

3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины «Хроматографические методы анализа углеводородов»:

способностью планировать и проводить физические и химические эксперименты, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования (ПК-16);

В результате освоения дисциплины обучающийся должен:

Знать:

- теоретические основы хроматографических методов анализа,
- методы практического применения газовой хроматографии в качественном и количественном анализе,
- конструкцию и оборудование современных хроматографических систем.

Уметь:

- выбирать метод для решения конкретной практической задачи, а также получить навыки практической работы при знакомстве с современными газовыми хроматографами.
- анализировать и оценивать полученную информацию

Владеть:

- методами качественного и количественного хроматографического анализа смесей углеводородов

4. Структура и содержание дисциплины

«Хроматографические методы анализа».

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 зачетных единиц, 180 часов.

№ п/п	Раздел дисциплины	Се-местр	Неде-ля се-местра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудо-емкость (в часах)				Формы текущего контроля успева-емости (по неде-лям семестра) Формы промежу-точной аттеста-ции (по семест-рам)
				лек-ции	се-мин. зан.	лаб. раб.	срс	
1	История развития метода хро-матографии. Основные опреде-ления и классификация.	7	1	2		-	12	Тестирование
2	Теория хроматографии: класси-ческая, кинетическая. Основ-ные характеристики хромато-графического процесса: коэфф. распределения, коэфф. емкости, удерживаемый объем, время удерживания, селективность и эффективность в хроматогра-фии. Хроматографические раз-мывания	7	2-3	4		9	22	Тестирование. Отчет по лабо-раторной рабо-те
3	Выбор параметров хромато-графических определений.	7	4	2		7	12	Отчет по лабо-раторной работе
4	Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматографии. Аппаратура, детекторы, решаемые задачи.	7	5-6	4		5	14	Отчет по лабо-раторной работе
5	Сорбенты в хроматографии. Подвижные и неподвижные фазы.	7	7	2		5	12	Отчет по лабо-раторной работе
6	Качественный и количествен-ный хроматографический ана-лиз. Методы количественного анализа.	7	8-9	4		10	20	Отчет по лабо-раторной работе
								Экзамен 36
	Итого:			18		36	90	180

4.1. Основное содержание лекционного курса.

История развития хроматографического метода анализа. Основные понятия и определения. Классификация хроматографических методов (общий обзор).

Теоретические основы хроматографии. Основные характеристики хромато-графического процесса. Изотермы сорбции, зависимость формы пика от вида изо-термы сорбции. Хроматографические размывания («хвосты»). Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в неподвижной и подвижной фазах).

Принципиальная схема газового хроматографа. Хроматограмма. Элюацион-ные характеристики. Первичные параметры удерживания. Исправленные и приве-

денные параметры удерживания. Абсолютные параметры удерживания. Относительные параметры удерживания.

Влияние различных факторов на хроматографическое разделение. Теория тарелок. Эффективность. Уравнение Ван-Деемтера. Селективность. Степень разделения. Выбор температуры. Газы-носители в газовой хроматографии. Неподвижные жидкие фазы. Выбор количества неподвижной фазы. Методы нанесения неподвижной жидкой фазы Твердые адсорбенты и носители. Природа твердого носителя. Модифицирование твердых носителей. Размер зерен сорбента. Плотность набивки колонки.

Хроматографические колонки. Насадочные (набивные) колонки. Капиллярные колонки. Формы, установка и соединение колонок. Факторы, влияющие на эффективность колонки.

Аппаратура для газовой хроматографии. Основные элементы.

Детекторы для газовой хроматографии. Характеристики детекторов. Принципы ионизационного детектирования. Детектор электронного захвата (ДЭЗ). Пламенно-ионизационный детектор (ДИП). Детектор по теплопроводности (ДТП)

Качественный анализ. Качественный анализ с использованием эталонных соединений.

Идентификация по графикам удерживания.

Количественный анализ. Измерение площадей Гауссовых пиков. Методы триангуляции. Расчет полной площади гауссового пика. Предельное деление площадей не полностью разделенных пиков. Методы расчета состава смеси по хроматограммам. Метод абсолютной калибровки. Метод внутренней нормализации. Метод внутреннего стандарта. Метод стандартной добавки. Экспериментальное определение абсолютных и относительных калибровочных коэффициентов.

4.2. Программа лабораторных работ

1. Определение основных хроматографических характеристик.
2. Количественный анализ бинарной смеси углеводов.
3. Определение индексов удерживания Ковача.
4. Идентификация неизвестного углеводорода.
5. Анализ смеси углеводов неизвестного состава

5. Образовательные технологии

При освоении дисциплины используются следующие образовательные технологии:
- весь курс лекций (36 ч.) сопровождается мультимедийными материалами с использованием проектора.

Практические занятия проводятся в лаборатории кафедры химической технологии нефти и газа СГУ.

- лабораторные занятия осуществляются с обсуждением различных вариантов решения поставленных задач, по тематике лабораторные работы привязаны к темам самостоятельной работы.

Для обучающихся инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья организуется персональное сопровождение компьютерами в образовательном пространстве, которые выполняют посреднические функции с профессорско-преподавательским составом; увеличивается время на самостоятельное освоение материала.

6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины.

Самостоятельная работа студента в объеме 108 часов заключается в, выполненных в аудитории и на изучении . На самостоятельную работу вынесены следующие темы:

Рабочей программой дисциплины «Хроматографические методы исследования углеводородов» предусмотрена самостоятельная работа студентов в объеме 108 часов. Самостоятельная работа проводится с целью углубления знаний по дисциплине и предусматривает:

- изучение отдельных разделов тем дисциплины
- чтение студентами рекомендованной литературы и усвоение теоретического материала дисциплины;
- подготовку к лабораторным занятиям и оформлению лабораторных работ;
- работу с Интернет-источниками;
- подготовку к различным формам контроля.

Контрольные вопросы по курсу

1. На каком принципе основаны хроматографические методы разделения?
2. Классификация хроматографических методов.
3. В чем отличие распределительной хроматографии от адсорбционной?
4. Какова история открытия метода хроматографии? Эксперимент М. С. Цвета?
5. Каково определение хроматограммы?
6. Каковы наиболее часто используемые сорбенты в практике анализа?
7. Стационарные неподвижные фазы. Примеры неподвижных жидких фаз, иммобилизованные сорбенты.
8. Каковы механизмы сорбционных процессов. Типы связей сорбат - сорбент?
9. В чем сущность классической теории хроматографии?
10. Основные хроматографические параметры, их физический смысл.
11. Что является количественной характеристикой установившегося равновесия в хроматографии и от чего зависит этот параметр.
12. В чем сущность концепции теоретических тарелок, разработанной Мартином и Синджем?
13. Какова связь эффективности разделения с числом равновесия?
14. Основные уравнения хроматографии.

15. Размывание хроматографического пика и факторы, влияющие на него. Уравнение Ван-Деемтера.
16. Изотермы сорбции. Какова зависимость формы хроматограммы от изотермы сорбции?
17. Каковы расчетные методы количественного хроматографического анализа?
18. Что означают статический и динамический режим в хроматографии?
19. Чем отличается газо-адсорбционная хроматография от газо-жидкостной?
20. Чем характеризуется эффективность хроматографической колонки?
21. Детекторы в хроматографии.

Варианты тестовых заданий по курсу

1. Какой принцип положен в основу плоскостной хроматографии?
 - 1) агрегатное состояние
 - 2) механизм взаимодействия
 - 3) техника выполнения
 - 4) цель хроматографирования
2. Какой вариант получения хроматограмм самый практикуемый?
 - 1) элюентный - изократический
 - 2) вытеснительный
 - 3) фронтальный
 - 4) элюентный - градиентный
3. Что такое время удерживания (t_R)? Это время...
 - 1) от момента ввода смеси веществ до выхода последнего
 - 2) от момента ввода анализируемой пробы до регистрации пика
 - 3) интервал (в минутах) между пиками двух веществ
 - 4) пребывания вещества в подвижной фазе
4. Какое из нижеперечисленных условий следует соблюдать для получения воспроизводимых результатов хроматографирования?
 - 1) давление подвижной фазы
 - 2) температура и давление
 - 3) состав фаз
 - 4) условия 1 - 3
5. Что выражает коэффициент емкости в хроматографии? Эта величина показывает...
 - 1) во сколько раз вещество дольше находится в неподвижной фазе, чем в подвижной
 - 2) во сколько раз концентрация вещества (x) больше в неподвижной фазе, чем в подвижной
 - 3) отношение концентрации определяемого вещества в сорбенте к ее концентрации в исходном растворе
 - 4) что на анализ потребуется мало времени
6. Что характеризует понятие удерживаемый объем (V_R)? Объем элюента.
 - 1) в сорбенте

- 2) объем необходимый для элюирования определяемого вещества
 3) приготовленного раствора
 4) все пункты 1 - 3 верны
7. Что показывает коэффициент удерживания (замедления) - R ? Время .
 1) нахождения вещества в подвижной фазе
 2) нахождения вещества в неподвижной фазе
 3) время необходимое для анализа
 4) время фиксирования на хроматограмме неудерживаемого вещества
8. Что характеризует изотерма сорбции? Графическую зависимость...
 1) отношения исходной концентрации к сорбированной ее части
 2) количества вещества в неподвижной фазе (C_s) к его концентрации в подвижной фазе (C_m)
 3) времени процесса сорбции от концентрации сорбата
 4) температуры от концентрации сорбата в сорбенте
9. Каким параметром характеризуется эффективность хроматографической колонки?
 1) числом теоретических тарелок (N)
 2) высотой эквивалентной теоретической тарелке (H)
 3) факторами 1 - 2
 4) временем удерживания вещества (t_R)
10. Какова формула расчета числа теоретических тарелок?
 1) $H = h / N$ 2) $N = 16(t_R / W)^2$
 3) $t_R = t_m + t_s$ 4) $H = h * N$
11. Что характеризуется под термином, разрешение в хроматографии?
 1) разделение двух соседних пиков
 2) возможность разделения анализируемой смеси
 3) минимальная концентрация анализируемого вещества
 4) селективность неподвижной фазы
12. По какой формуле вычисляют разделяющую способность сравниваемых веществ?
 1) $N = 16(t_R / W)^2$ 2) $R_s = 2 * (t_{R2} - t_{R1}) / (W_1 + W_2)$
 3) $a = D_2 / D_1$ 4) $V_R = F * t_R$
13. Какие параметры влияют на разрешение хроматографических пиков?
 1) эффективность 2) коэффициент емкости
 3) селективность 4) все (1 - 3) вместе
14. Что служит качественной характеристикой определяемых веществ?
 1) число теоретических тарелок
 2) время удерживания (объем удерживания)
 3) величина RS
 4) разность между t_{R2} и t_{R1}

15. Что положено в основе количественного анализа в методе абсолютной калибровки?
- 1) построение градуировочного графика по стандартам
 - 2) сравнение высот пиков стандарта и аналита
 - 3) вычисление площадей под гауссовой кривой растворов стандарта и аналита
 - 4) введение в аналит известного количества эталонного соединения и расчет по формуле после хроматографирования
16. Что используют наиболее часто в качестве подвижной фазы в газовой хроматографии?
- 1) полярные растворители
 - 2) неполярные растворители
 - 3) инертные газы
 - 4) водород, углекислый газ
17. Что служит отличительным признаком газоадсорбционной хроматографии от газожидкостной?
- 1) агрегатное состояние сорбента
 - 2) природа элюента
 - 3) аппаратное оформление
 - 4) отличаются по всем указанным параметрам
18. В газожидкостной хроматографии сорбентом служит.
- 1) твердая фаза
 - 2) жидкая фаза
 - 3) иониты
 - 4) хелатные полимерные сорбенты
19. Как изменяется высота эквивалентная теоретической тарелке от скорости потока подвижной фазы?
- 1) увеличивается
 - 2) уменьшается
 - 3) остается без изменений
20. Эффективность колонки выражается графически по хроматограмме.
- 1) остротой пика
 - 2) пологостью пика
 - 3) хроматографическим размыванием
 - 4) наложением хроматограмм веществ А и В
21. Какое преимущество дает программирование температуры в газовой хроматографии?
- 1) ускоряет анализ
 - 2) повышает точность
 - 3) повышается возможность разделения сложной смеси
 - 4) нет преимущества
22. На хроматограмме отражается зависимость интенсивности сигнала от...
- 1) температуры
 - 2) времени

- 3) концентрации 4) скорости потока
23. Высота хроматографического пика пропорциональна
- 1) концентрации аналита
 - 2) времени удерживания
 - 3) скорости подвижной фазы
 - 4) числу теоретических тарелок
24. При подборе хроматографической колонки получены следующие параметры $t_R = 25$ мин, ширина пика 40 сек. Найти число теоретических тарелок.
- 1) 6,25 2) 22500
 - 3) 40,96 4) 1400
25. Какие параметры хроматографического пика используют для количественного анализа?
- 1) высота 3) высота и ширина
 - 2) ширина 4) время выхода пика
26. Какие экспериментальные данные подтверждают, что исследователь проводит количественный хроматографический анализ в области линейной изотермы адсорбции?
- 1) площади пиков $(S) = f(C)$
 - 2) время выхода аналита $= f(C)$
 - 3) высоты пиков $= \text{const}$
 - 4) пункты 1 - 3 верны
27. Длина колонки 2 м. Для двух различных скоростей потока, мертвое время колонки составляет 18,2 и 8 с соответственно. Определить скорости потоков.
- 1) 11 см/с и 25 см/с 3) 6 см/с и 8 см/с
 - 2) 22 см/с и 50 см/с 4) 50 см/с и 20 см/с
28. Какие характеристики колонки влияют на разделение?
- 1) эффективность 2) разрешающая способность
 - 3) селективность 4) эффективность и селективность
29. Какие факторы влияют на улучшение процесса сорбции?
- 1) размер зерен сорбента
 - 2) скорость потока и параметры колонки
 - 3) температура и рН системы
 - 4) все вышеперечисленные факторы
30. Какие требования предъявляются к жидкой фазе в газожидкостной хроматографии? Она должна быть .
- 1) доступной
 - 2) термически устойчивой до 300°C
 - 3) полярной
 - 4) летучей при 100°C

31. При определении малых количеств веществ значительные ошибки определения в газожидкостной хроматографии связаны с.
- 1) адсорбцией анализата на носителе
 - 2) разрушением определяемых веществ при температурах определения
 - 3) необратимой адсорбцией на жидкой неподвижной фазе
 - 4) все пункты (1 - 3) верны
32. Площадь хроматографического пика характеризует.
- 1) качественный состав пробы
 - 2) количественное содержание
 - 3) полноту разделения
 - 4) расход элюента
33. Что отличает газо-адсорбционную хроматографию от газожидкостной?
- | | |
|--------------------------|-------------------|
| 1) аппаратное оформление | 2) объект анализа |
| 3) механизм разделения | 4) детекторы |
34. Рассчитайте процентное содержание каждого компонента, если площадь хроматографического пика (мм^2): фенола - 19, метилфенола - 11, этилфенола - 31.
- | | |
|---------------------|---------------------|
| 1) 41,0; 24,6; 34,4 | 2) 31,1; 18,0; 50,9 |
| 3) 52,0; 26,0; 22,0 | 4) 37,0; 33,0; 30,0 |
35. В качестве подвижной и неподвижной фаз в газожидкостной хроматографии применяют.
- 1) газ и воду
 - 2) газ и органический растворитель
 - 3) жидкость и газ
 - 4) воду и газ
36. Укажите параметр, по которому проводят идентификацию веществ в хроматографии.
- | | |
|------------------------|-------------------------------------|
| 1) температура кипения | 2) теплопроводность |
| 3) время удержания | 4) площадь хроматографического пика |
37. Рассчитайте процентное содержание каждого компонента, если площадь хроматографического пика (мм^2): гексана - 25, гептана - 15, октана - 20.
- | | |
|---------------------|---------------------|
| 1) 41,7; 25,0; 33,3 | 2) 31,1; 18,0; 50,9 |
| 3) 28,6; 35,7; 35,7 | 4) 34,0; 33,0; 33,0 |

38. Эффективность хроматографической колонки характеризует.
- 1) относительную ширину пиков или число теоретических тарелок
 - 2) диаметр и длина колонки
 - 3) максимальное количество пиков
 - 4) количество определяемых веществ
39. Укажите размерность удельной поверхности адсорбента
- 1) $\text{см}^2/\text{мг}$
 - 2) $\text{дм}^2/\text{кг}$
 - 3) $\text{м}^2/\text{г}$
 - 4) $\text{м}^2/\text{кг}$
40. Какой детектор основан на измерении теплопроводности?
- 1) катарометр
 - 2) ионизационный
 - 3) пламенно-ионизационный
 - 4) спектрофотометрический
41. Какой вид изотермы адсорбции используется в аналитических целях?
- 1) вогнутый
 - 2) выпуклый
 - 3) линейный
 - 4) S – образный
- 1) Al_2O_3 обрабатывают NaOH
42. При газохроматографическом определении н-пентилацетата в препарате изо-пентилацетата площадь хроматографических пиков составили (мм^2): 1,80 (н-пентил-ацетат); 86,0 (изопен-тилацетат). Вычислить массовую долю (%) н-пентилацетата в анализе.
- 1) 97,95
 - 2) 0,21
 - 3) 9,80
 - 4) 2,05
43. Хроматографирование провели в колонке длиной 16 см, высота эквивалентная теоретической тарелке 0,8 см. Вычислить число теоретических тарелок (N) колонки.
- 1) 10
 - 2) 15
 - 3) 20
 - 4) 40

7. Данные для учета успеваемости студентов в БАРС

Таблица 7.1 Таблица максимальных баллов по видам учебной деятельности.

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Семестр	Лекции	Лабораторные занятия	Практические занятия	Самостоятельная работа	Автоматизированное тестирование	Другие виды учебной деятельности	Промежуточная аттестация (экзамен)	Итого
7	18	30		22			30	100

Программа оценивания учебной деятельности студента Лекции

Диапазон баллов	Критерий оценки
0 баллов	Посещение менее 5 лекционных занятий (менее 45%)
1-3 балла	Посещение 5-7 лекционных занятий (28-39%)
4-7 баллов	Посещение 8-9 лекционных занятий (44-50%)
8-8 баллов	Посещение 10-11 лекционных занятий (55- 61%)
9-10 баллов	Посещение 12-14 лекционных занятий (67- 78%)
11-13 баллов	Посещение 16-18 лекционных занятий (78- 90%)
14-18 баллов	Посещение 16-18 лекционных занятий (90- 100%) и участие в лекционных дискуссиях

Лабораторные работы

Количество баллов за 1 работу	Критерий оценки
0	Работа не выполнена
1-3	Работа выполнена и оформлена
4-6	Работа выполнена самостоятельно, аккуратно оформлена и сдана в срок

Самостоятельная работа

	0	1-4	5-7	8-11
Реферат	Работа не выполнена	Материал в работе подобран не грамотно, тема до конца не раскрыта	Материал соответствует теме работы, но оформлен не в соответствии с правилами	Материал соответствует теме работы, оформлен в соответствии с правилами и доложен на научном семинаре

Итоговая аттестация

ответ на «отлично» оценивается от 21 до 31 баллов; ответ на «хорошо» оценивается от 12 до 20 баллов; ответ на «удовлетворительно» оценивается от 5 до 11 баллов; ответ на «неудовлетворительно» оценивается от 0 до 4 баллов

Таким образом, максимально возможная сумма баллов за все виды учебной деятельности студента за семестр по данной дисциплине составляет 100 баллов

Таблица 2. Таблица пересчета полученной студентом суммы баллов в оценку:

85-100 баллов	«отлично»
70-84 баллов	«хорошо»
50-69 баллов	«удовлетворительно»
0-49 баллов	«не удовлетворительно»

8. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля) «Хроматографические методы исследования углеводов»

а) основная литература:

1. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / Серов Ю. М. - Москва : Российский университет дружбы народов, 2011. - 220 с. - ISBN 978-5-209-03574-9 : Б. ц. ЭБС "IPRBOOKS"

9. Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля) :

1. Учебная аудитория для чтения лекций
2. Оверхед-проектор и ПК.
3. Учебная лаборатория (1 корпус, комнаты 5 и 10) для выполнения лабораторных работ, оснащенная необходимым оборудованием (хроматографы Кристалл-2000 и 5000).
4. Химические реактивы.
5. Лабораторная посуда и оборудование.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки 18.03.01 «Химическая технология» и профилю подготовки «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов».

Автор

к.х.н., доцент

И.А.Никифоров

Программа одобрена на заседании кафедры нефтехимии и техногенной
сти от «21» февраля 2018 года, протокол № 09.

Программа актуализирована и одобрена на заседании кафедры нефтехимии и
техногенной безопасности от «30» августа 2018 года, протокол №1.