



| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |



УТВЕРЖДЕНО
 решением Ученого совета Института медицины,
 экологии и физической культуры
 от 17 мая 2023 г., протокол № 9/250

Председатель

 / В.И. Мидленко /
 (подпись, расшифровка подписи)
 17 мая 2023 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

| | |
|------------|-----------------------------------------------------|
| Дисциплина | Введение в хроматографические методы анализа |
| Факультет | Экологический |
| Кафедра | Общей и биологической химии |
| Курс | 3 |

Направление (специальность) **04.03.01 Химия**

Направленность (профиль/специализация) Химия окружающей среды, химическая экспертиза и экологическая безопасность

Форма обучения **Очная**

Дата введения в учебный процесс УлГУ: « 1 » сентября 2023 г.

Программа актуализирована на заседании кафедры: протокол № 1 от 29.08. 2024 г.


Программа актуализирована на заседании кафедры: протокол № __ от ____ 20__г.

Программа актуализирована на заседании кафедры: протокол № __ от ____20__г.

Сведения о разработчиках:

| ФИО | Кафедра | Должность, ученая степень, звание |
|----------------------------|-----------------------------|-------------------------------------|
| Брынских Галина Тимофеевна | Общей и биологической химии | кандидат биологических наук, доцент |

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| СОГЛАСОВАНО | |
| Заведующий выпускающей кафедрой, общей и биологической химии | |
| ( / Шроль О.Ю. / | / |
| Подпись | ФИО |
| <u>« 16 » мая 2023 г.</u> | |

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ:

Цели освоения дисциплины:

1. Формирование у бакалавра представлений о теоретических основах хроматографических методов, о многообразии хроматографических методов и решаемых аналитических задач при их использовании в профессиональной научно-исследовательской, педагогической и производственной деятельности;
2. Подготовка бакалавров к профессиональному выбору хроматографического метода, оборудования, типа детектора, неподвижных фаз для разделения и многокомпонентных жидкостей и газовых смесей неорганической и органической природы, приемов качественного и количественного анализа применительно к конкретному объекту анализа.
3. Подготовка к проведению обработки экспериментальных результатов: определению хроматографических параметров, вычислению и представлению результатов анализа.


Задачи освоения дисциплины:

1. Ознакомление с теоретическими подходами к описанию хроматографического процесса и практическими следствиями, определяющими выбор условий хроматографирования в газовой (на капиллярных и насадочных колонках) и жидкостной (ВЭЖХ) хроматографии;
2. Формирование представлений об основных характеристиках хроматограмм и критериях хроматографического разделения веществ; о факторах, определяющих селективность разделения и эффективность колонки;
3. Ознакомление с типами, принципом действия и аналитическими характеристиками детекторов, включая используемые в аппаратуре современных гибридных методов (селективного масс-спектрометрического и ИК-Фурье);
4. Обучение приемам идентификации компонентов в методах газовой хроматографии и ВЭЖХ с учетом типа детекторов;
5. Обучение приемам обработки аналитического сигнала и методам проведения количественного хроматографического анализа;
6. Ознакомление с физико-химическими основами разделения, используемыми фазами и аналитическими возможностями методов газодсорбционной, газожидкостной, высокоэффективной жидкостной, ионной хроматографии;
7. Ознакомление с отечественными хроматографами и аппаратурой зарубежных фирм, в том числе, при проведении демонстрационных экспериментов;
8. Формирование навыков обработки результатов качественного и количественного анализа и расчета хроматографических параметров по экспериментальным данным и при выполнении индивидуальных заданий.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП:


Дисциплина является дисциплиной по выбору относится к блоку Б1 (Вариативная часть) образовательной программы 04.03.01 Химия.

По логике построения и содержанию данная дисциплина связана с другими дисциплинами из базовой части профессионального цикла: «Аналитическая химия», «Неорганическая химия», «Органическая химия», «Физическая химия», а также с некоторыми разделами физики и математики. При обучении используются знания и навыки, полученные в соответствующих практикумах.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

3. ПЕРЕЧЕНЬ ПЛАНИРУЕМЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ (МОДУЛЮ), СООТНЕСЕННЫХ С ПЛАНИРУЕМЫМИ РЕЗУЛЬТАТАМИ ОСВОЕНИЯ ОСНОВНОЙ ПРОФЕССИОНАЛЬНОЙ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЙ ПРОГРАММЫ

| Код и наименование реализуемой компетенции | Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с индикаторами достижения компетенций |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>ПК - 1. Способен выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам.</p> | <p>Знать: 1. Теоретические основы линейной хроматографии для понимания причин размывания хроматографических зон и факторов, влияющих на селективность разделения и эффективность процесса; 2. Важнейшие качественные реакции неорганических ионов и органических веществ, физико-химическую природу получения аналитического сигнала при использовании спектроскопических и электрохимических детекторов</p> <p>Уметь: Осуществлять расчет результатов количественного анализа по экспериментальным данным с использованием методов нормализации, внутреннего и внешнего стандарта и абсолютной калибровки.</p> <p>Владеть: владеть метрологическими основами анализа и способами проведения количественного анализа, иметь представление об особенностях объектов анализа.</p> |
| <p>ПК-6. Способен использовать основные закономерности химической науки и фундаментальные химические понятия при решении конкретных производственных задач</p> | <p>Знать: Классификацию хроматографических методов, характеристики неподвижных фаз и элюентов и принципы их выбора в разных методах аналитической хроматографии;</p> <p>Уметь: Проводить обработку хроматограмм: определять первичные параметры удерживания, рассчитывать характеристики разделения, эффективности и селективности;</p> <p>Владеть: Владеть теоретическими знаниями о природе межмолекулярных взаимодействий, фазовых равновесий, закономерностях сорбционных процессов, в том числе реакций ионного обмена, количественными характеристиками процессов разделения; знаниями классов органических соединений, закономерностями изменения физико-химических характеристик в гомологических рядах, характерными реакциями функциональных групп;</p> |

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

4. ОБЩАЯ ТРУДОЕМКОСТЬ ДИСЦИПЛИНЫ

Объем дисциплины в зачетных единицах (всего) 33Е


Объем дисциплины по видам учебной работы (в часах) 108

| Вид учебной работы | Количество часов (форма обучения очная) | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|----------------------------|
| | Всего по плану | В т.ч. по семестрам |
| | | 5 семестр |
| 1 | 2 | 3 |
| Контактная работа обучающихся с преподавателем в соответствии с УП | 90 | 90 |
| Аудиторные занятия: | 90 | 90 |
| Лекции | 36 | 36 |
| Лабораторные работы, практикумы | 54 | 54 |
| Самостоятельная работа | 18 | 18 |
| Форма текущего контроля знаний и контроля самостоятельной работы: тестирование, контр. работа, коллоквиум, рефераты др.(не менее 2 видов) | тестирование коллоквиум | тестирование коллоквиум |
| Виды промежуточной аттестации (экзамен, зачет) | зачет | зачет |
| Всего часов по дисциплине | 108 | 108 |

Содержание дисциплины (модуля.) Распределение часов по темам и видам учебной работы:

Форма обучения _____ очная _____

| Название разделов и тем | Всего | Виды учебных занятий | | | | Форма текущего контроля знаний |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|----------------------|---------------------|-------------------------------|------------------------|--------------------------------------|
| | | Аудиторные занятия | | Занятия в интерактивной форме | Самостоятельная работа | |
| | | Лекции | Лабораторные работы | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Раздел 1. Теоретические основы аналитической хроматографии. | | | | | | |
| 1. Введение. Основные понятия и классификации. Основные характеристики хроматографического процесса и параметры хроматограмм. | 4 | 4 | - | 4 | - | Тестирование коллоквиум |
| 2. Теории хроматографических процессов. | 2 | 2 | - | 2 | - | тестирование коллоквиум |
| 3. Качественный и количественный анализ в хроматографии | 7 | 2 | - | 2 | 5 | тестирование коллоквиум, решение за- |

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

| | | | | | | дач |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|----|----|----|----|----------------------------------------|
| Раздел 2. Газовая хроматография | | | | | | |
| 1. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. | 6 | 6 | | 6 | - | Тестирование коллоквиум |
| 2. Качественный и количественный газохроматографический анализ. | 23 | 2 | 18 | 2 | 3 | тестирование коллоквиум, решение задач |
| Раздел 3. Жидкостная хроматография | | | | | | |
| 1. Адсорбционная и жидкостно-жидкостная хроматография | 4 | 4 | - | 2 | - | Тестирование коллоквиум |
| 2. Планарные хроматографические методы. | 17 | 2 | 12 | 12 | 3 | Тестирование коллоквиум, решение задач |
| Раздел 4. Ионообменная хроматография | | | | | | |
| 1. Терминология и принципы разделения ионов в сорбционных процессах. | 16 | 4 | 12 | 12 | - | Тестирование коллоквиум |
| 2. Ионообменные равновесия. Хроматографические параметры удерживания. Селективность разделения. | 19 | 4 | 12 | 12 | 3 | Тестирование коллоквиум, решение задач |
| 3. Капиллярный электрофорез | 4 | - | - | - | 4 | Тестирование коллоквиум |
| 4. Практическая ионная хроматография. Неподвижные и подвижные фазы в ионной хроматографии. | 4 | 4 | - | - | - | тестирование коллоквиум |
| 5. Детекторы в ионной хроматографии | 2 | 2 | - | - | - | Тестирование коллоквиум |
| Итого | 108 | 36 | 54 | 54 | 18 | |


5. СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Раздел 1. Теоретические основы аналитической хроматографии.

Тема 1. Введение. Основные понятия и классификации. *Основные характеристики хроматографического процесса и параметры хроматограмм.*

Сущность хроматографического метода анализа. История его возникновения и развития. Современное состояние метода, области применения, значение среди других аналитических методов. Классификация хроматографических методов по режиму хроматографирования, агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат - сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз.

Значение разделения и концентрирования с неселективным и селективным детектированием в гибридных методах анализа для улучшения метрологических характеристик анализа и информативности аналитических данных.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Параметры удерживания. Время удерживания. Мертвое время. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания. Коэффициент распределения. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Основное уравнение хроматографирования. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Коэффициент разделения. Степень разделения (разрешение).

Тема 2. Теории хроматографических процессов

Подходы к описанию хроматографического процесса и модели его описания. Теория равновесной хроматографии. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с коэффициентом распределения и изотермой сорбции. Профиль хроматографического пика в зависимости от вида изотермы сорбции.

Причины размывания хроматографической зоны. Неравновесная хроматография. Основные положения теории теоретических тарелок. Число теоретических тарелок. Высота, эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ), и эффективность хроматографической колонки. Ограничения концепции теоретических тарелок.

Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зоны сорбата в газовой и жидкостной хроматографии (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередаче в подвижной и неподвижной фазах и другие причины). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Оптимальные величины ВЭТТ и линейной скорости потока в газовой хроматографии. Связь ВЭТТ с эффективным коэффициентом диффузии. Общие рекомендации по скорости потока газоносителя, по выбору неподвижной фазы, по заполнению колонок и приготовлению «тонких слоёв», выбору размера частиц стационарной фазы. Достоинства капиллярных колонок. Особенности уравнения Ван-Деемтера в жидкостной хроматографии.

Принципиальная схема хроматографа. Выбор условий хроматографического определения.

Тема 3. Качественный и количественный анализ в хроматографии

Подходы к идентификации веществ: использование индексов удерживания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов.


Измерение высот и площадей пиков. Графическое, автоматическое измерение и расчет площади пиков разного вида. Методы количественного анализа: внутренней нормализации, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта, метод добавок. Достоинства и недостатки методов, границы их применения. Источники ошибок, воспроизводимость результатов измерений. Аналитические признаки веществ и аналитические реакции. Типы аналитических реакций и реагентов. Характеристика чувствительности аналитических реакций (предельное разбавление, предельная концентрация, минимальный объем предельно разбавленного раствора, предел обнаружения, показатель чувствительности). Способы повышения чувствительности и избирательности методов.

Измерение высот и площадей пиков. Графическое, автоматическое измерение и расчет площади пиков разного вида. Методы количественного анализа: внутренней нормализации, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта, метод добавок. Достоинства и недостатки методов, границы их применения. Источники ошибок, воспроизводимость результатов измерений.

Раздел 2. Газовая хроматография

Тема 1. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография.

Общая характеристика метода. Теоретические основы метода. Аналитические возможности газо-адсорбционной (ГАХ) и газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ).

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Аппаратура для газовой хроматографии. Устройства ввода проб в колонку. Хроматографические колонки. Насадочные колонки и их заполнение. Подготовка (кондиционирование) колонок.

Классификация детекторов в газовой хроматографии. Требования, предъявляемые к детекторам, и их основные характеристики (чувствительность, отношение сигнал/шум, инерционность, линейный диапазон). Принципы работы и аналитические возможности важнейших детекторов.

Газовые хроматографы (лабораторные, промышленные, целевые и универсальные). Основные характеристики некоторых зарубежных и отечественных хроматографов.

Системы автоматизации анализа. Применение микроЭВМ и компьютеров для управления работой хроматографа и обработки хроматографической информации.

Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография (ГАХ). Пористые и непористые адсорбенты (минеральные и полимерные) для ГАХ: углеродные адсорбенты, адсорбенты на основе кремнезема, молекулярные сита, пористые полимеры и их хроматографические свойства. Требования к адсорбентам. Модифицирование поверхности адсорбентов. Примеры применения метода.

Газо-жидкостная хроматография (ГЖХ). Механизм разделения веществ в ГЖХ. Требования к неподвижной жидкой фазе. Классификация неподвижных фаз по полярности. Влияние природы и количества неподвижной жидкой на эффективность разделения. Методы нанесения неподвижной жидкости на твердый носитель. Максимальная рабочая температура неподвижной жидкой фазы. Носители в ГЖХ и требования к ним. Основные типы твердых носителей. Модифицирование твердых носителей.

Примеры применения ГЖХ для анализа сложных смесей. Применение в анализе объектов окружающей среды.

Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Основные закономерности размытия хроматографических зон в капиллярной хроматографии. Перспективы использования капиллярных колонок.

Тема 2. Качественный и количественный газохроматографический анализ

Использование абсолютных, относительных и логарифмических индексов удерживания. Индексы удерживания Ковача. Источники погрешностей при их использовании. Графические методы идентификации.

Методика количественной газовой хроматографии. Стандарты. Особенности пробоподготовки в газовой хроматографии (при анализе примесей в воздухе, воде). Парофазный анализ при определении летучих примесей в воде.


Раздел 3. Жидкостная хроматография

Тема 1. Адсорбционная и жидкостно-жидкостная хроматография.

Методы и аппаратурные особенности жидкостной хроматографии.

Круг определяемых веществ. Классический вариант (низкого давления) и высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Аналитические характеристики ВЭЖХ. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Системы ввода элюента и анализируемой пробы. Подготовка растворителей. Требования к чистоте растворителей. Подготовка пробы. Насосы, колонки. Детекторы и их выбор. Особенности идентификации компонентов сложной смеси в ВЭЖХ. Отечественные и зарубежные жидкостные хроматографы.

Адсорбционная (жидкостно-твердофазная) хроматография. Основные представления о механизме молекулярной жидкостной адсорбционной хроматографии (ЖАХ). Роль химии поверхности адсорбента и природы подвижной фазы. Сорбенты и требования к ним. Силикагель, оксид алюминия и другие сорбенты. Модифицирование силикагелей.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Нормально-фазовая (НФХ) и обращенно-фазовая (ОФХ) хроматография. Области применения. Модифицированные адсорбенты с привитыми фазами. Требования к подвижным фазам - элюентам. Влияние природы и состава элюента на разделение. Аналитические возможности метода ВЭЖХ при анализе сложных смесей органических веществ.

НФХ на силикагеле. Типы взаимодействия сорбент-сорбат. Влияние воды и структуры сорбатов на параметры удерживания. Применение НФХ.

ОФХ на модифицированных силикагелях. Механизм удерживания. Влияние структуры сорбатов на удерживание. Аналитические возможности метода ОФХ в анализе сложных смесей органических веществ.

Нормально-фазовая и обращенно-фазовая ион-парная хроматография. Сущность метода. Механизмы удерживания. Выбор условий определения. Применение в анализе органических и неорганических соединений.

Эксклюзионная хроматография (гель-хроматография). Сущность метода. Гидрофильные и гидрофобные гели. Особенности механизма удерживания молекул. Области применения гель-хроматографии.

Жидкостно-жидкостная (распределительная) хроматография.

Основы, варианты и возможности метода. Коэффициент распределения, факторы, влияющие на его величину. Носители, неподвижные и подвижные фазы, требования к ним. Применение распределительной хроматографии для анализа неорганических и органических веществ.

Тема 2. Планарные хроматографические методы

Тонкослойная и бумажная хроматография. Основные закономерности в процессе разделения веществ в планарных методах жидкостной хроматографии. Относительная скорость движения хроматографической зоны R_f как характеристика удерживания и ее связь с коэффициентом распределения. Способы определения R_f . Оценка эффективности.

Носители, сорбенты и растворители в бумажной и тонкослойной хроматографии (ТСХ). Способы получения хроматограмм (восходящая, нисходящая, одномерная, двумерная, радиальная хроматография). Нанесение пробы, проявление хроматограмм. Приборы для планарной хроматографии. Количественный анализ. Инструментальное детектирование. Представления о высокоэффективной ТСХ и электрофоретической бумажной хроматографии. Области применения методов в аналитической химии.


Раздел 4. Ионообменная хроматография

Тема 1. Терминология и принципы разделения ионов в сорбционных процессах.

Классификация ионитов. Неорганические и органические ионообменники. Хелатообразующие сорбенты. Физико-химические свойства ионообменников: обменная емкость, набухание, химическая, термическая и радиационная устойчивость. Характеристики ионитов, используемых в классической колоночной ионообменной хроматографии и в ионной хроматографии. Синтез ионообменников для разделения под давлением. Выбор состава водного элюента. Использование ионообменных разделений.

Методы ион-парной, адсорбционно-комплексобразовательной, лигандообменной и осадочной хроматографии. Общие представления о механизмах удерживания, сорбентах и элюентах, аналитических возможностях. Осадители, способы получения и типы осадочных хроматограмм.

Ионная хроматография. Сущность метода ионной хроматографии. Характеристики сорбентов-ионитов, требования к ним. Связь времени удерживания иона с коэффициентом селективности, обменной емкостью, объемом сорбента, концентрацией элюента. Состав элюентов. Влияние pH, ионной силы, концентрации на параметры разделения.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Аппаратура в ионной хроматографии. Одноколоночный и двухколоночный варианты. Условия разделения и определения катионов и анионов. Области применения ионной хроматографии. Примеры применения при анализе смесей неорганических и органических анионов и катионов.

Тема 2. Ионообменные равновесия. Хроматографические параметры удерживания. Селективность разделения.

Основные представления о механизме ионного обмена. Ионообменное равновесие. Константа равновесия, коэффициент селективности, коэффициент распределения, фактор разделения. Селективность ионного обмена. Кинетика ионного обмена.

Тема 3. Капиллярный электрофорез

Несорбционные хроматографические методы. Основные принципы вариантов электросепарационных методов (капиллярный зонный электрофорез, капиллярный изотактофорез, капиллярный гель-электрофорез, капиллярное изоэлектрофокусирование, мицеллярная электрокинетическая хроматография и капиллярная электрохроматография). Физико-химические основы методов. Электроосмотический поток (ЭОП). Факторы, влияющие на направление и скорость ЭОП. Электрофоретическая подвижность ионов и влияющие на нее факторы. Аппаратура. Детекторы. Области применения электросепарационных методов. Сравнение их с ВЭЖХ.

Тема 4. Практическая ионная хроматография. Неподвижные и подвижные фазы в ионной хроматографии.

Общая схема жидкостного хроматографа и назначение отдельных блоков. Неподвижные фазы (сорбенты) в ионной хроматографии. Требования к сорбентам. Анионо- и катионо-обменники. Подвижные фазы (элюенты). Анионная и катионная хроматография. Способы компенсации фонового сигнала. Колоночная компенсация. Мембранная компенсация.

Тема 5. Детекторы в ионной хроматографии

Детекторы в ионной хроматографии. Требования к детекторам. Электрохимические детекторы. Спектроскопические детекторы. Задачи, решаемые при сочетании хроматографического разделения с методами спектроскопического определения и идентификации веществ в режиме "on-line". Системы, используемые в аналитической практике и разрабатываемые, их достоинства и недостатки.

2. ТЕМЫ ПРАКТИЧЕСКИХ И СЕМИНАРСКИХ ЗАНЯТИЙ

Данный вид работы не предусмотрен учебной программой.

3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ, ПРАКТИКУМЫ

Раздел 2. Газовая хроматография


Тема 2. Качественный и количественный газохроматографический анализ

Лабораторная работа № 1. Определение качественного состава смеси на основе характеристик удерживания

Цель работы:

1. Сформировать представление о теоретических основах хроматографических методов анализа.
2. Идентифицировать компоненты хроматографируемой смеси по объемам удерживания
3. Для идентифицированных компонентов рассчитать удельные удерживаемые объемы.

Методические рекомендации

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |


Газовая хроматография позволяет проводить индивидуальную и групповую идентификацию веществ (т.е. отнесение их к определенной группе соединений). Индивидуальную хроматографическую идентификацию проводят с помощью следующего приема: сравнивают характеристики удерживания компонентов анализируемой смеси с характеристиками удерживания стандартов, компонентов стандартных смесей или с табличными данными.

Экспериментальная часть:

1. Получить от преподавателя контрольную смесь.
2. Выбрать условия хроматографирования исходя из природы анализируемой смеси.
3. На газовом хроматографе снять хроматограмму полученной контрольной смеси.
4. На полученных хроматограммах измерить расстояния удерживания пиков отдельных компонентов смеси и индивидуальных веществ.
5. Рассчитать их объемы удерживания. Сравнивая V_R' компонентов смеси с V_R' индивидуальных веществ, идентифицировать пики контрольной смеси.
6. Для идентификации компонентов смеси рассчитать удельные удерживаемые объемы.
7. Результаты расчета свести в таблицу.

Контрольные вопросы:

1. Определение хроматографии. Основные понятия.
2. Хроматография как гибридный аналитический метод. Задачи, решаемые с использованием гибридных методов. Роль хроматографии в современном анализе.
3. Классификация хроматографических методов по разным признакам.
4. Газовая хроматография. Классификация методов газовой хроматографии. Носители, подвижные и неподвижные фазы, требования к ним. Применение метода.
5. Детекторы в жидкостно-адсорбционной хроматографии. Система ввода пробы в колонку. Применение метода жидкостно-адсорбционной хроматографии.
6. Жидкостно-жидкостная (распределительная) хроматография. Основы, варианты и возможности метода. Коэффициент распределения. Носители, подвижные и неподвижные фазы, требования к ним. Применение метода.
7. Основные параметры хроматограммы. Параметры удерживания, использование их в хроматографическом анализе.
8. Качественный хроматографический анализ. Подход к идентификации веществ - использование индексов удержания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов.
9. Методы количественного анализа – внутренней нормализации, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта, метод добавок.
10. Что такое: а) общее время удерживания; б) приведенное (исправленное) время удерживания; в) общий удерживаемый объем; г) приведенный (исправленный) удерживаемый объем?
11. В чем сущность качественного хроматографического анализа по величине удерживаемого объема?
12. Почему предпочитают использовать исправленный удерживаемый объем, а не объем удерживания?
13. Какие хроматографические параметры можно использовать для идентификации компонентов смеси?
14. Почему идентификацию компонентов не рекомендуется вести по абсолютным временам удерживания?
15. Какие другие способы идентификации компонентов применяют в хроматографическом анализе?

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

16. Можно ли сделать вывод о природе веществ на основании хроматографических данных?
17. Как зависит время (объем) удерживания от растворимости соединения в подвижной фазе?
18. Что такое относительный удерживаемый объем и относительное время удерживания?

Лабораторная работа № 2. Определение количественного состава многокомпонентной смеси

Цель работы:

Определить содержание отдельных компонентов контрольной смеси методом внутренней нормализации без учета калибровочных коэффициентов (методом простой нормировки).

Методические рекомендации

Для определения количественного состава анализируемой смеси используют зависимость между содержанием данного компонента в смеси и размерами соответствующего ему пика на хроматограмме. Чаще всего количественную оценку хроматограмм производят по площади пиков S . Упрощенный метод измерения площади пика состоит в умножении высоты пика на его ширину, измеренную на расстоянии, равном половине высоты.

Метод простой нормировки основан на предположении, что вещества, независимо от их строения, взятые в одинаковом количестве, дают одну и ту же площадь пика. Это приближено выполняется, если вещества химически сходны, а в качестве газа – носителя применяется газ, теплопроводность которого приблизительно на порядок отличается от теплопроводности анализируемых веществ (детектор – катарометр). Такими обычно являются водород и гелий.


Метод простой нормировки не дает точных результатов в случае различной чувствительности детектора по отношению к разделяемым компонентам смеси.

Экспериментальная часть:

1. Получить у преподавателя контрольную смесь.
2. На газовом хроматографе снять 2–3 воспроизводимых хроматограммы контрольной смеси.
3. Рассчитать площади пиков отдельных компонентов и определить содержание компонентов в смеси.
4. Результаты оформить в виде таблицы.

Контрольные вопросы:

1. Анализ и расчет хроматограмм. Измерение высот и площадей пиков.
2. В чем сущность основных методов количественной хроматографии: а) нормировки с поправочными коэффициентами; б) абсолютной калибровки; в) внутреннего стандарта?
3. Укажите возможности и ограничения различных количественных методов хроматографического анализа.
4. Как можно измерить площадь пика на хроматограмме? Какой зависимостью связана площадь пика с концентрацией вещества?
5. Почему способ абсолютной калибровки сравнительно редко применяют в хроматографических лабораториях?
6. Как повысить точность определения компонента по методу нормировки?

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

- Какие параметры хроматографического пика используют для количественного анализа?
- В каких случаях в количественном хроматографическом анализе измеряют высоту пика? площадь пика?

Лабораторная работа № 3. Определение критериев разделения

Цель работы:

- Определить степень разделения 2-х компонентов и селективность жидкой фазы на 2-х колонках.
- Определить эффективность хроматографических колонок (число теоретических тарелок и ВЭТТ) с различными жидкими фазами.
- Определить критерии разделения и сравнить две хроматографические колонки по эффективности и селективности.

Методические рекомендации

Для оценки хроматографического разделения компонентов пользуются тремя группами критериев.

1. Первая группа критериев зависит от природы сорбента и сорбата (разделяемых компонентов), от температуры и характеризует качество разделения в зависимости от различия абсорбируемости или растворимости разделяемых веществ. К критериям этой группы относятся степень разделения α_{21} и критерий селективности жидкой фазы K_C .

Если $\alpha_{21} = 1$, то вещества не разделяются.

Для неразделяемых веществ $K_C = 0$, при полном разделении значение $K_C \rightarrow 1$. Селективность жидкой фазы не зависит от размеров колонки, природы газа-носителя, от количества введенной в колонку пробы.


2. Вторая группа критериев обусловлена кинетическими и диффузионными факторами, которые вызывают размывание хроматографических полос. К этим факторам относятся: размеры колонки, природа газа-носителя, скорость потока, температура колонки, количество вводимой в колонку пробы и др. Совокупность параметров хроматографического опыта, входящих во вторую группу, от которых так же, как от селективности, зависит качество разделения, можно назвать общим термином – эффективность.

Экспериментальная часть:

- Получить от преподавателя контрольную смесь.
- Выбрать условия хроматографирования в зависимости от природы анализируемой смеси.
- На газовом хроматографе в идентичных условиях, но с разными хроматографическими колонками поочередно снять хроматограммы полученной контрольной смеси.
- На полученных хроматограммах измерить расстояния удерживания пиков отдельных компонентов смеси и индивидуальных веществ.
- Рассчитать их объемы удерживания (времена удерживания).
- Рассчитать число теоретических тарелок N , высоту, эквивалентную теоретической тарелке H , критерии разделения α_{21} и K_C и оценить эффективность колонок.
- Результаты оформить в виде таблицы.

Контрольные вопросы:

- Хроматографические параметры (коэффициент разделения, коэффициент емкости, фазовое соотношение, коэффициент удерживания), их соотношение и значение для выбора условий. Основное уравнение хроматограммы.
- Коэффициент ёмкости колонки. Коэффициент разделения хроматографических пиков.
- Фронтальный метод разделения веществ.
- Проявительный (элюентный) метод разделения веществ.
- Что является наиболее важной причиной размывания хроматографического пика?

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

6. Какая из теорий хроматографии дает основу для оптимизации хроматографического процесса?
7. Нарисуйте зависимость ВЭТТ от скорости потока подвижной фазы в газовой хроматографии?
8. Теории хроматографических процессов. Теория равновесной хроматографии. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с изотермой адсорбции.
9. Неравновесная хроматография. Основные положения теории теоретических тарелок. Достоинства и ограничения теории теоретических тарелок Мартина и Синджа. Характеристика эффективности колонки.
10. Кинетическая теория хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зоны сорбата в газовой и жидкостной хроматографии (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередаче в подвижной и неподвижной фазах и др.).
11. Какие основные величины входят в уравнение Ван-Деемтера?
12. Какие числовые значения может принимать величина H ? Какое теоретически минимальное значение?
13. Какие хроматографические условия надо менять, чтобы уменьшить вклад в величину H в уравнении Ван-Деемтера?
14. Почему в хроматографическую колонку вводят обычно малые количества определяемых соединений?
15. Какие величины характеризуют эффективность хроматографической колонки? Как ее повысить?
16. Как влияет скорость потока на эффективность хроматографической колонки?
17. Селективность хроматографической колонки.

Раздел 3. Жидкостная хроматография

Тема 2. Планарные хроматографические методы

Лабораторная работа № 4. Бумажная хроматография

Часть 1. Разделение железа (III) и меди (II) методом круговой бумажной хроматографии.

Цель работы:


- 1) Ознакомиться с основами бумажной хроматографии.
- 2) Научиться составлять план методики проведения анализа.
- 3) Отработать навыки приготовления хроматографической бумаги.
- 4) Закрепить навыки работы с камерой для бумажной хроматографии и проявления хроматограмм.
- 5) Разделить и идентифицировать ионы железа и меди методом круговой бумажной хроматографии.

Методические рекомендации

Хроматография на бумаге – разновидность метода распределительной хроматографии. Носителем для неподвижного растворителя служит при этом фильтровальная бумага.

Анализ смеси веществ проводят по следующей схеме: на круглый обеззоленный фильтр в центр наносят каплю разделяемой смеси, фильтр подсушивают и помещают в хроматографическую камеру с ПФ. ПФ под действием капиллярных сил поднимается по «фитилю», достигает стартового пятна с разделяемой смесью, вместе с ней перемещаются с различной скоростью определяемые вещества.

Анализируемый раствор наносят на стартовую линию с помощью стеклянного капилляра в объеме не более 5–10 мкл. Чем меньше площадь стартового пятна, тем менее размытой будет зона вещества после хроматографирования. Поэтому пробу наносят в одну и ту же точку в несколько приемов, каждый раз подсушивая пятно.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Зоны разделяемых веществ имеют вид концентрических колец, которые могут быть видимыми и невидимыми; в последнем случае хроматограмму проявляют – опрыскивают раствором специфического реагента, либо подвергают воздействию УФ-излучения.

Скорость перемещения компонентов определяется соответствующими коэффициентами распределения: чем меньше коэффициент распределения, тем быстрее вещество передвигается по сорбенту. В качестве характеристики удерживания используется величина R_f – подвижность, определяемая как отношение расстояния фронтов компонента и ПФ.

Экспериментальная часть:

Реактивы: Хроматографическая бумага, стандартные растворы солей Fe^{3+} , Cu^{2+} с концентрацией 1 мг/мл; раствор $K_4[Fe(CN)_6]$, 10% -ный. Подвижная фаза – смесь этанола с 5 М HCl (9:1) по объему, обеззоленная фильтровальная бумага «синяя лента».

Приборы и посуда:

Хроматографическая камера, капилляры стеклянные, кристаллизаторы, тигли, стеклянный пульверизатор.

Ход работы:

1. На круглом обеззоленном фильтре «синяя лента» диаметром 12,5 см простым карандашом наметить контуры «фитиля» длиной 40 мм и шириной 4 мм (см. рис. 3).
2. На центр фильтра с помощью капилляра нанести каплю раствора разделяемой смеси. Раствор наносить в несколько приемов, чтобы впитывание происходило за счет капиллярных сил бумаги. Образовавшееся пятно осторожно обвести простым карандашом, т.е. фиксировать его положение на бумаге. Бумагу высушить, вырезать «фитиль», как показано на схеме.
3. В хроматографическую камеру поместить кристаллизатор и тигель с 10 мл подвижной фазы. Кислоту добавлять к органическому растворителю, чтобы предотвратить адсорбцию ионов бумагой. На кристаллизатор сверху поместить фильтр, следя за тем, чтобы «фитиль» был погружен в растворитель, и закрыть камеру крышкой. Во время разделения не рекомендуется открывать крышку камеры, перемещать камеру.
3. Когда произойдет размывание первичного пятна растворителем, и фронт ПФ пройдет заданное расстояние, бумагу вынуть из камеры, отметить карандашом границы фронта растворителя, высушить в токе теплого воздуха и приступить к проявлению зон.
4. Для проявления зон локализации ионов Fe^{3+} и Cu^{2+} фильтр опрыскать раствором $K_4[Fe(CN)_6]$ из стеклянного пульверизатора (*металлический непригоден!*). В результате на хроматограмме проявляется синяя зона $Fe_4[Fe(CN)_6]_3$ и коричневая зона $Cu_2[Fe(CN)_6]$.
5. Рассчитать для обоих катионов значения R_f , считая началом их пути наружную границу первоначального пятна, отмеченную карандашом, а концом пути – наружные границы появившихся после проявления кольцевых зон локализации. Расстояние же, пройденное фронтом растворителя, мм, отсчитывать от центра хроматограммы (центра бумажного круга).
6. Рассчитать коэффициент разделения α как отношение подвижностей $R_{fи}$ оценить степень разделения катионов.


Часть 2. Разделение смеси аминокислот

Цель работы:

- 1) Разделить и идентифицировать смесь простейших аминокислот – α -аланина и аспарагиновой кислоты методом круговой бумажной хроматографии.

Методические рекомендации

Хроматография на бумаге – разновидность метода распределительной хроматографии. Носителем для неподвижного растворителя служит при этом хроматографическая бумага.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Разделению смеси аминокислот мешают следы металлов в бумаге для хроматографии, которые вымывают раствором 8-оксихинолина или комплексона III. Для этого из хроматографической бумаги № 1 или № 2 вырезают круглые листки диаметром 10–12 см и обрабатывают 0,1%-ным раствором 8-оксихинолина, приготовленным на смеси н-бутанола, ледяной уксусной кислоты и воды в соотношении по объему (8:1:1). Бумагу погружают на 1–2 мин в раствор 8-оксихинолина, затем подсушивают, помещают в хроматографическую камеру и пропускают ПФ до полного обесцвечивания темноокрашенных соединений 8-оксихинолина с катионами металлов. Затем бумагу многократно промывают дистиллированной водой и сушат на воздухе. Эта подготовка выполняется заблаговременно.

Анализ смеси веществ проводят по следующей схеме: на круглый обеззоленный фильтр в центр наносят каплю разделяемой смеси, фильтр подсушивают и помещают в хроматографическую камеру с ПФ. ПФ под действием капиллярных сил поднимается по «фитилю», достигает стартового пятна с разделяемой смесью, вместе с ней перемещаются с различной скоростью определяемые вещества.

Анализируемый раствор наносят на стартовую линию с помощью стеклянного капилляра в объеме не более 5–10 мкл. Чем меньше площадь стартового пятна, тем менее размытой будет зона вещества после хроматографирования. Поэтому пробу наносят в одну и ту же точку в несколько приемов, каждый раз подсушивая пятно.

Зоны разделяемых веществ имеют вид концентрических колец, которые могут быть видимыми и невидимыми; в последнем случае хроматограмму проявляют – опрыскивают раствором специфического реагента, либо подвергают воздействию УФ-излучения.

Скорость перемещения компонентов определяется соответствующими коэффициентами распределения: чем меньше коэффициент распределения, тем быстрее вещество передвигается по сорбенту. В качестве характеристики удерживания используется величина R_f – подвижность, определяемая как отношение расстояния фронтов компонента и ПФ.

Экспериментальная часть:


Реактивы: Хроматографическая бумага № 1 или № 2, стандартные растворы α -аланина и аспарагиновой кислоты с концентрацией 0,5 мг/мл, раствор нингидрина 0,25% в водонасыщенном н-бутиловом спирте,

Подвижная фаза – н-бутанола, ледяной уксусной кислоты и воды в объемном соотношении (4:1:5).

Приборы и посуда: Хроматографическая камера, капилляры стеклянные, кристаллизатор и тигель, стеклянный пульверизатор.

Ход работы:

1. На предварительно подготовленной хроматографической бумаге простым карандашом наметить контуры «фитиля» длиной 40 мм и шириной 4 мм (Рис. 8).
2. На центр бумаги с помощью капилляра нанести каплю раствора разделяемой смеси. Раствор наносить в несколько приемов, чтобы впитывание происходило за счет капиллярных сил бумаги. Образовавшееся пятно осторожно обвести простым карандашом, т. е. зафиксировать его положение на бумаге. Бумагу высушить, вырезать «фитиль», как показано на схеме.
3. В хроматографическую камеру поместить кристаллизатор и тигель с 10 мл подвижной фазы. На кристаллизатор сверху поместить круг бумаги, следя за тем, чтобы «фитиль» был погружен в растворитель, и закрыть камеру крышкой. Во время разделения не рекомендуется открывать крышку камеры, перемещать камеру.
3. Когда произойдет размытие первичного пятна растворителем, и фронт ПФ пройдет расстояние, не доходя до края бумаги, бумагу вынуть из камеры, отметить карандашом границы фронта растворителя, высушить в токе теплого воздуха и приступить к проявлению зон.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

4. Для проявления зон локализации аспарагиновой кислоты и α -аланина бумагу опрыскивать проявителем из стеклянного пульверизатора. Из появляющихся двух кольцевых окрашенных зон локализации первая принадлежит аспарагиновой кислоте, вторая – α -аланину.
5. Рассчитать для обеих аминокислот значения R_f , считая началом их пути наружную границу первоначального пятна, отмеченную карандашом, а концом пути – наружные границы появившихся после проявления кольцевых зон локализации. Расстояние же, пройденное фронтом растворителя, мм, отсчитывать от центра хроматограммы (центра бумажного круга).
6. Рассчитать коэффициент разделения α как отношение подвижностей $R_{fи}$ оценить степень разделения аминокислот.

Контрольные вопросы к теме бумажная хроматография

1. Бумажная хроматография. Основные закономерности в процессе разделения веществ в данном методе.
2. Носители, сорбенты и растворители в бумажной хроматографии. Способы получения хроматограмм.
3. Количественный анализ. Области применения бумажной хроматографии в аналитической химии.
4. Распределительная хроматография на бумаге. Основы метода. Классификация по технике выполнения эксперимента. Требования к хроматографической бумаге, растворителям подвижной и неподвижной фазы. Применение.

Лабораторная работа № 5. Тонкослойная хроматография

Часть 1. Разделение и обнаружение галогенидов

Цель работы:

1. Научиться наносить анализируемый образец на хроматографическую пластинку.
2. Разделить и идентифицировать галогенид-ионы методом одномерной восходящей тонкослойной хроматографии.
3. Отработать навыки обнаружения веществ на хроматограммах и определения их состава.

Методические рекомендации


В тонкослойной хроматографии (ТСХ) процесс разделения происходит в слое тонкодисперсного сорбента, нанесенного на стеклянную или металлическую пластинку. В органическом анализе наибольшее распространение получила адсорбционная ТСХ (подвижная фаза – жидкость, неподвижная фаза – адсорбент).

Анализ смеси веществ проводят по следующей схеме: на пластинку сорбента на небольшом расстоянии от края наносят на линию старта каплю разделяемой смеси, пластинку подсушивают и помещают в хроматографическую камеру с ПФ. ПФ под действием капиллярных сил поднимается по сорбенту, вместе с ней перемещаются с различной скоростью определяемые вещества.

Анализируемый раствор наносят на стартовую линию с помощью стеклянного капилляра в объеме не более 5–10 мкл. Чем меньше площадь стартового пятна, тем менее размытой будет зона вещества после хроматографирования. Поэтому пробу наносят в одну и ту же точку в несколько приемов, каждый раз подсушивая пятно.

Зоны разделяемых веществ имеют вид пятен, которые могут быть видимыми и невидимыми; в последнем случае хроматограмму проявляют – опрыскивают раствором специфического реагента, либо подвергают воздействию УФ-излучения.

Скорость перемещения компонентов определяется соответствующими коэффициентами распределения: чем меньше коэффициент распределения, тем быстрее вещество передвигается по сорбенту. В качестве характеристики удерживания используется вели-

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

чина R_f – подвижность, определяемая как отношение расстояния фронтов компонента и ПФ.

Экспериментальная часть:

Реактивы: 1М стандартные растворы NaCl, KBr, KI. Бромкрезоловый пурпурный, 0,1%-ный раствор в этаноле с добавлением 1 капли аммиака.

Подвижная фаза – смесь ацетона (65 мл), н-бутанола (20 мл), конц. аммиака (10 мл), дистиллированной воды (5 мл).

Приборы и посуда: Хроматографическая камера, капилляры стеклянные, хроматографическая пластинка марки «Silufol» или др., фильтровальная бумага,

Ход работы:

1. На дно хроматографической камеры поместить подвижную фазу (высота слоя около 0,5 см), закрепить на задней стенке камеры кусочек фильтровальной бумаги, смоченный в растворителе, затем закрыть крышкой и оставить на 15–20 мин для насыщения камеры парами ПФ.
2. На хроматографической пластинке на расстоянии около 1 см от краев отметить линию старта и линию фронта и с помощью капилляра нанести на стартовую линию каплю раствора разделяемой смеси, рядом нанести по капле растворов индивидуальных галогенидов, используемых в качестве стандартов.
3. Высушенную пластинку поместить в хроматографическую камеру и плотно закрыть камеру крышкой. Во время разделения не рекомендуется открывать крышку камеры, перемещать камеру. Анионы продвигаются по пластинке в виде аммонийных солей, катионы щелочных металлов остаются на старте.
4. Когда фронт ПФ пройдет заданное расстояние и произойдет разделение компонентов, пластинку вынуть из камеры, высушить в токе теплого воздуха и приступить к идентификации пятен.
5. Для обнаружения пятен хроматограмму необходимо опрыскивать раствором бромкрезолового пурпурного и подсушить. Аммонийные соли дают желтые пятна, а ионы щелочных металлов – ярко-синие (на старте). После хроматографирования сопоставить положение пятен исследуемой смеси и индивидуальных веществ, затем сделать вывод о присутствии или отсутствии их в анализируемом растворе.
6. Для идентификации компонентов сравнить рассчитанные величины R_f для компонентов смеси и индивидуальных веществ. Рассчитать коэффициент разделения α для пар ионов как отношение подвижностей R_{fi} и оценить степень разделения. Сделать вывод о закономерности изменения величины R_f в ряду галогенид-ионов.

Часть 2. Обнаружение аскорбиновой кислоты в пищевых продуктах и исследование её стабильности при нагревании и в кислой среде методом тонкослойной хроматографии.

Цель работы:

- 1) Научиться проводить идентификацию веществ по индексам удерживания.
- 2) Исследовать зависимость стабильности аскорбиновой кислоты от температуры и pH среды.


Оборудование: кристаллизаторы, силуфоловые пластинки.

Реактивы: витамин С (1%-ный р-р), спирт этиловый, гексан, йод, гексациано-III-феррат калия, 5%-ный р-р уксусной кислоты, аммиачный р-р нитрата серебра.

Методические рекомендации по выполнению работы аналогичны части 1.

Вопросы к обсуждению

1. Тонкослойная хроматография – основные закономерности в процессе разделения веществ.
2. Коэффициент ёмкости колонки. Коэффициент разделения хроматографических пиков.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

3. Фронтальный метод разделения веществ.
4. Проявительный (элюентный) метод разделения веществ.
5. Носители, сорбенты и растворители в тонкослойной хроматографии. Качественный анализ. Области применения методов в аналитической химии.
6. Как выполняют количественный анализ в методе ТСХ?
7. Каковы преимущества двумерной хроматографии перед одномерной бумажной или ТСХ?
8. Как определяют R_f в методе БХ и ТСХ? От чего зависит величина R_f и какие условия нужно поддерживать постоянными при проведении эксперимента?
9. Как можно определить концентрации компонентов смеси после разделения методом БХ или ТСХ?
10. Как выполняется качественный анализ с помощью плоскостных вариантов хроматографии – БХ и ТСХ?
11. Какими способами проба анализируемой смеси веществ вводится в хроматографическую установку в бумажной хроматографии?
12. Почему в методе ТСХ необходимо герметически закрывать камеру с растворителем и пластинкой во время подъема фронта растворителя?
13. Как обнаруживают и идентифицируют компоненты на бумажных и тонкослойных хроматограммах?
14. Каковы области применения, достоинства и недостатки тонкослойной хроматографии?

Раздел 4. Ионообменная хроматография

Тема 1. Терминология и принципы разделения ионов в сорбционных процессах.

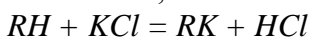
Лабораторная работа № 6. Определение содержания в растворе нейтральных солей

Цель работы:

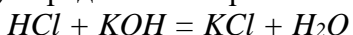
- 1) Ознакомиться с аналитическими возможностями метода ионной хроматографии.
- 2) Ознакомиться с основами колоночной ионообменной хроматографии.
- 3) Научиться готовить колонку с катионитом для проведения анализа.
- 4) Определить содержание в растворе нейтральных солей с применением катионита.

Методические рекомендации

Определение основано на том, что при пропускании раствора нейтральной соли (например, KCl , $NaNO_3$, K_2SO_4 и др.) через колонку с сильнокислотным катионитом в H^+ -форме катионы соли обмениваются на ионы водорода, при этом выделяется сильная кислота в количестве, эквивалентном содержанию соли в растворе:



Количество выделившейся кислоты в элюате (элюат – раствор, вытекающий из колонки) определяют титрованием щелочью:




В качестве сильнокислотного катионита можно использовать в этом случае катионит марки КУ-2 в H^+ -форме.

Экспериментальная часть:

Реактивы: контрольный раствор, индикатор метилоранж, 0,1 Н раствор КОН, дистиллированная вода.

Приборы и посуда: колонка с катионитом КУ-2 в H^+ -форме, мерные колбы на 100 мл, пипетки, конические колбы, шпатель, лабораторные штативы и бюретки.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

1. Приготовить колонку с катионитом к работе, проверяя элюат из колонки на нейтральность. Для этого отобрать в маленькую пробирку вытекающий из колонки раствор и прибавить индикатор метилоранж. Если при этом окраска раствора в пробирке станет желтой, то считают, что элюат имеет нейтральную среду, и колонка с катионитом готова к проведению дальнейших работ. В случае, если метилоранж в элюате окрашен в розовый или оранжевый цвет, через колонку с катионитом пропускать небольшими порциями по 10-15 мл дистиллированную воду до тех пор, пока среда элюата не станет нейтральной.
2. Получить от преподавателя контрольный раствор нейтральной соли.
3. Анализируемый раствор, помещенный в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.
4. Отобрать пипеткой 10 мл раствора и пропустить через подготовленную колонку с катионитом со скоростью примерно 2 капли в 1 секунду.
5. Вытекающий из колонки раствор собрать в коническую колбу.
6. Для полного вымывания выделившейся кислоты через колонку пропустить дистиллированную воду небольшими порциями по 10-15 мл, **собирая промывные воды в ту же коническую колбу**, до тех пор, пока среда в элюате не станет **нейтральной** (проверить по метилоранжу, отбирая небольшие порции элюата в пробирку).
7. Содержимое конической колбы оттитровать 0,01Н раствором КОН в присутствии метилового оранжевого (раствор титранта приготовить заранее в мерной колбе вместимостью 100 мл разбавлением 0,1 Н КОН).
8. Определение нейтральной соли проводить до получения 3-х воспроизводимых результатов.
9. Вычисление содержания соли, *m*, мг.

Примечание: при выполнении работы следует помнить, что над слоем катионообменника все время должна находиться жидкость. В случае образования в колонке пузырьков воздуха катионообменник следует взрыхлить стеклянной палочкой.

Лабораторная работа № 7. Колончатая ионообменная хроматография. Разделение ионов Cu^{2+} , Co^{2+} и Ni^{2+}

Цель работы:

- 1) Отработать навыки подготовки адсорбционной колонки с катионитом для проведения анализа.
- 2) Разделить и определить содержание в растворе ионов меди, кобальта и никеля с применением катионита

Оборудование: стеклянные трубки длиной 15 см, диаметром 5-6 мм, штатив с муфтой и лапкой, чашки Петри, вата, химические стаканы: 100 мл (3 шт.), 150 мл (1 шт., под адсорбционную колонку), 50 мл (4 шт., с носиком), весы, мерная пробирка, 20 мл, мерный цилиндр, 50 мл, мерная пипетка, 2 мл, 4 шт., фильтровальная бумага, пробирки, 3 шт.


Реактивы: Al_2O_3 , адсорбент для адсорбционной колонки, порошок, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, крист., $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Методические рекомендации по выполнению анализа аналогичны работе 6 Тема 2. Ионообменные равновесия. Хроматографические параметры удерживания. Селективность разделения.

Лабораторная работа № 8. Определение динамической обменной емкости катионита

Цель работы:

- 1) Закрепить навыки подготовки ионообменной колонки к анализу
- 2) Определить динамическую обменную емкость катионита.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Методические рекомендации

Свойство ионита поглощать определенное количество ионов из раствора характеризуется обменной емкостью. Обменную емкость выражают количеством миллимоль-эквивалентов обменивающегося иона на единицу массы сухой смолы или объема набухшего ионита (мэкв/г или мэкв/мл).

В настоящее время ионный обмен широко используется для устранения жесткости природных вод, которая обусловлена наличием в воде солей кальция и магния. При пропускании такой воды через колонку с катионитом в Na^+ -форме, катионы магния и кальция поглощаются ионитом, а вместо них в элюат поступает эквивалентное количество ионов натрия. Определение обменной емкости катионита в этой работе практически сводится к фиксации момента проскока, когда часть ионов кальция и магния будет проходить в элюат, хотя пропускаемая через катионит жесткая вода еще будет обменивать ионы кальция и магния на ионы натрия.

При выполнении данной работы следует:

- 1) Определить жесткость пропускаемой через катионит исходной воды.
- 2) Определить динамическую обменную емкость катионита, пропуская исходную воду с установленной жесткостью через катионит в Na^+ -форме и фиксируя момент проскока ионов кальция и магния в вытекающем из колонки растворе (элюате).

Экспериментальная часть:

Реактивы: аммиачный буфер, дистиллированная вода, трилон Б, эриохром чёрный Т.

Приборы и посуда: колонка с катионитом в Na^+ -форме, конические колбы на 250 мл, пипетки, цилиндры, шпатель, лабораторные штативы и бюретки, пробирки, пипетки

1. Комплексометрическое определение жесткости воды
2. Определение ДОЕ (динамической обменной ёмкости) катионита.

Через ионообменную колонку с катионитом в Na^+ -форме пропустить воду, жесткость которой предварительно определялась трилонометрически. Установить момент проскока ионов кальция и магния в элюате. Для этого в маленькую пробирку внести каплю раствора индикатора в аммонийном буфере и добавить несколько капель вытекающей из ионообменной колонки воды. Если цвет содержимого пробирки голубой, проскока еще не произошло. Если у раствора наблюдается сиреневатый оттенок, то в элюате, вытекающем из колонки, уже появились ионы кальция или магния. При этом необходимо фиксировать объем пропущенной воды до проскока, т.е. объем умягченного элюата. Объем катионита вычисляют путем умножения площади сечения колонки на высоту слоя катионита. (При диаметре колонки в 2 см площадь сечения ее составляет $3,14 \text{ см}^2$).

3. Расчет динамической обменной емкости катионообменника.

Лабораторная работа № 9. Определение ионов никеля и цинка в смеси с использованием разделения их на анионите


Цель работы:

- 1) Научиться готовить колонку с анионитом.
- 2) Определить содержание никеля и цинка в смеси с использованием их предварительного разделения на анионите АВ-17 в Cl^- -форме.

Методические рекомендации

Для разделения катионов Zn (II) и Ni (II) используют способность ионов цинка образовывать с HCl отрицательно заряженный хлоридный комплекс $[\text{ZnCl}_3]^-$. Ионы никеля таких комплексов не образуют. При пропускании через колонку с анионообменником в Cl^- -форме раствора, содержащего катионы никеля и отрицательно заряженные комплексные ионы цинка, происходит поглощение последних, а ионы никеля проходят через анионообменник в элюат.

Экспериментальная часть:

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Реактивы: 0,25 М раствор $ZnSO_4$, 0,25 М раствора $NiSO_4$, 6М и 2М растворы HCl , дистиллированная вода, 6 М раствор $NaOH$, 12% раствор аммиака, красная лакмусовая бумага, мурексид, трилон Б, аммиачная буферная смесь, индикатор эриохром черный Т.

Приборы и посуда: колонку с анионитом АВ-17 в СГ- форме, химические стаканы на 100 мл, конические колбы на 250 мл, пипетки, лабораторные штативы и бюретки, шпатель.

Ход работы:

1. Разделение цинка и никеля

В стакан емкостью 100 мл поместить смесь из 1,5–3 мл 0,25 М раствора $ZnSO_4$ и 1,5–3 мл 0,25 М раствора $NiSO_4$.

К анализируемому раствору добавить 5 мл 6 М раствора HCl , при этом катионы цинка образуют хлоридные комплексные анионы $[ZnCl_3]^-$. Полученный раствор пропустить со скоростью 1 капля в 1 секунду через колонку с анионитом АВ-17 в СГ- форме. Вытекающий из колонки раствор, содержащий ионы никеля, собрать в коническую колбу емкостью 250 мл. Для полного вымывания из анионита ионов никеля через колонку пропустить отдельными порциями по 10-15 мл около 100 мл 2 М раствора HCl .

Для извлечения ионов цинка анионит промыть 100 мл дистиллированной воды со скоростью 2 капли в 1 секунду. Промывание проводить отдельными порциями по 10–15 мл дистиллированной воды так, чтобы каждая новая порция прибавлялась только после полного вытекания предыдущей. Элюат, содержащий ионы цинка, собрать в другую коническую колбу емкостью 250 мл. Следует помнить, что над слоем анионита всегда должна находиться жидкость.

2. Определение никеля

Содержание ионов никеля в солянокислом растворе определяют комплексонометрическим методом. Для этого в коническую колбу с ионами никеля добавить 50 мл дистиллированной воды, 10 мл 6 М раствора $NaOH$ и по каплям 12% раствор аммиака до изменения окраски красной лакмусовой бумаги в серо-голубой цвет (красную лакмусовую бумагу помещают в раствор и, не вынимая ее, следят за изменением цвета). После этого добавить на кончике шпателя индикатор мурексид и титровать трилоном Б до перехода желтой окраски раствора в фиолетовую.

3. Расчёт содержание никеля.


4. Определение цинка

В коническую колбу, содержащую ионы цинка, добавить по каплям из бюретки 12% раствор аммиака до щелочной среды по красному лакмусу, 5 мл аммиачной буферной смеси, индикатор эриохром черный Т на кончике шпателя и титровать трилоном Б до изменения фиолетово-красной окраски в синюю.

5. Расчёт содержание цинка.

Контрольные вопросы к теме ионообменная хроматография:

1. Сущность метода ионообменной хроматографии?
2. Основные представления о механизме ионного обмена. Использование процессов ионного обмена в аналитической химии.
3. Сорбенты ионообменной хроматографии и их физико-химические свойства.
4. Как подготовить ионообменную смолу к работе?
5. Какие функциональные группы обеспечивают обменные свойства различных синтетических ионообменных смол?
6. Какие типы катионитов и анионитов Вам известны?
7. Что такое «обменная емкость» ионита, в каких единицах измеряется?
8. Хроматографические параметры удерживания в ионообменной хроматографии.
9. Как определяют: а) статическую обменную ёмкость ионита; б) динамическую обменную ёмкость ионита?

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |


10. Зависит ли селективность ионообменника от его ёмкости?
11. Как провести деионизацию воды с помощью ионообменников? Напишите уравнения реакций.
12. Каковы области применения, достоинства и недостатки ионообменной хроматографии?
13. Классификация детекторов в ионной хроматографии. Требования к ним.
14. Кондуктометрические детекторы в ионной хроматографии.
15. Амперометрическое детектирование в ионной хроматографии.
16. Спектрофотометрическое (фотометрическое) детектирование в ионной хроматографии.
17. Флуоресцентное детектирование.

4. ТЕМАТИКА КУРСОВЫХ, КОНТРОЛЬНЫХ РАБОТ, РЕФЕРАТОВ


Данный вид работы не предусмотрен учебной программой.

5. ПЕРЕЧЕНЬ ВОПРОСОВ К ЗАЧЕТУ

1. Определение хроматографии. Основные понятия.
2. Хроматография как гибридный аналитический метод. Задачи, решаемые с использованием гибридных методов. Роль хроматографии в современном анализе.
3. Классификация хроматографических методов по разным признакам.
4. Основные параметры хроматограммы.
5. Параметры удерживания, использование их в хроматографическом анализе.
6. Анализ и расчет хроматограмм.
7. Измерение высот и площадей пиков.
8. Хроматографические параметры (коэффициент разделения, коэффициент емкости, фазовое соотношение, коэффициент удерживания), их соотношение и значение для выбора условий.
9. Основное уравнение хроматограммы.
10. Качественный хроматографический анализ.
11. Подход к идентификации веществ - использование индексов удержания, стандартной добавки и свидетеля, графических методов, спектральных и химических методов.
12. Методы количественного анализа – внутренней нормализации, абсолютной градуировки, внутреннего стандарта, метод добавок.
13. Теории хроматографических процессов.
14. Теория равновесной хроматографии.
15. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с изотермой адсорбции.
16. Неравновесная хроматография.
17. Основные положения теории теоретических тарелок. Достоинства и ограничения теории теоретических тарелок Мартина и Синджа.
18. Характеристика эффективности колонки.
19. Кинетическая теория хроматографии.
20. Факторы, влияющие на размывание зоны сорбата в газовой и жидкостной хроматографии (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередаче в подвижной и неподвижной фазах и др.).
21. Селективность хроматографической колонки.
22. Коэффициент ёмкости колонки. Коэффициент разделения хроматографических пиков.
23. Фронтальный метод разделения веществ.
24. Проявительный (элюентный) метод разделения веществ.
25. Вытеснительный метод анализа.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

26. Газовая хроматография. Общая характеристика метода.
27. Теоретические основы метода газовой хроматографии.
28. Аналитические возможности газоадсорбционной и газожидкостной хроматографии.
29. Аппаратура для газовой хроматографии. Устройство ввода проб в колонку. Хроматографические колонки.
30. Классификация детекторов в газовой хроматографии. Принципы работы и аналитические возможности важнейших детекторов.
31. Газовые хроматографы. Основные характеристики некоторых хроматографов.
32. Газоадсорбционная хроматография и ее аналитические возможности. Требования к газам-носителям и адсорбентам.
33. Газо-жидкостная хроматография и ее аналитическое применение.
34. Механизм разделения веществ. Требования к носителям, их модифицирование.
35. Требования к неподвижным жидким фазам, их типы и характеристики полярности.
36. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография.
37. Основные закономерности размытия хроматографических зон в капиллярной хроматографии.
38. Перспективы использования капиллярных колонок.
39. Жидкостная адсорбционная хроматография. Основы метода.
40. Селективность и эффективность в жидкостной хроматографии.
41. Хроматографическая колонка в жидкостной хроматографии, адсорбенты, растворители и подвижная фаза. Требования к подвижной фазе.
42. Детекторы в жидкостно-адсорбционной хроматографии. Система ввода пробы в колонку. Применение метода жидкостно-адсорбционной хроматографии.
43. Тонкослойная хроматография. Основы метода.
44. Относительная скорость движения хроматографической зоны R_f как характеристика удерживания и ее связь с коэффициентом распределения.
45. Носители, сорбенты и растворители в тонкослойной хроматографии. Применение метода.
46. Жидкостно-жидкостная (распределительная) хроматография. Основы, варианты и возможности метода. Коэффициент распределения.
47. Носители, подвижные и неподвижные фазы в жидкостно-жидкостной хроматографии, требования к ним. Применение метода.
48. Распределительная хроматография на бумаге. Основы метода.
49. Классификация метода бумажной хроматографии по технике выполнения эксперимента.
50. Требования к хроматографической бумаге, растворителям подвижной и неподвижной фазы. Применение метода.
51. Эксклюзионная хроматография (гель хроматография). Сущность метода.
52. Классификация гелей.
53. Растворители, используемые в гель-хроматографии. Области применения метода.
54. Основные представления о механизме ионного обмена.
55. Использование процессов ионного обмена в аналитической химии.
56. Сорбенты ионообменной хроматографии и их физико-химические свойства.
57. Ионообменное равновесие и избирательность сорбции.
58. Константа равновесия, коэффициент селективности и коэффициент распределения в ионообменной хроматографии.
59. Экспериментальные методы ионообменной хроматографии (способы получения хроматограмм).
60. Хроматографические параметры удерживания в ионообменной хроматографии.
61. Классификация детекторов в ионной хроматографии. Требования к ним.

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

62. Кондуктометрические детекторы в ионной хроматографии.
63. Амперометрическое детектирование в ионной хроматографии.
64. Спектрофотометрическое (фотометрическое) детектирование в ионной хроматографии.
65. Флуоресцентное детектирование.
66. Рефрактометрическое детектирование.


10 САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА ОБУЧАЮЩИХСЯ

Форма обучения _____ очная _____

| Название разделов и тем | Вид самостоятельной работы | Объем в часах | Форма контроля |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| Раздел 1. Теоретические основы аналитической хроматографии. <i>Тема 3. Качественный и количественный анализ в хроматографии</i> | Проработка учебного материала; подготовка к тестированию, коллоквиуму и зачёту. Расчёты по результатам эксперимента, подготовка к защите лабораторных работ. Решение задач по изучаемым темам | 5 | тестирование коллоквиум, проверка решения задач |
| Раздел 2. Газовая хроматография. <i>Тема 2. Качественный и количественный газохроматографический анализ.</i> | Проработка учебного материала; подготовка к тестированию, коллоквиуму и зачёту. Расчёты по результатам эксперимента, подготовка к защите лабораторных работ. Решение задач по изучаемым темам. | 3 | тестирование коллоквиум, проверка решения задач |
| Раздел 3. Жидкостная хроматография. <i>Тема 2. Планарные хроматографические методы.</i> | Проработка учебного материала; подготовка к тестированию, коллоквиуму и зачёту. Расчёты по результатам эксперимента, подготовка к защите лабораторных работ. Решение задач по изучаемым темам. | 3 | тестирование коллоквиум, проверка решения задач |
| Раздел 4. Ионообменная хроматография. <i>Тема 2. Ионообменные равновесия. Хроматографические параметры удерживания. Селективность разделения.</i> <i>Тема 3. Капиллярный электрофорез</i> | Проработка учебного материала; подготовка к тестированию, коллоквиуму и зачёту. Расчёты по результатам эксперимента, подготовка к защите лабораторных работ. Решение задач по изучаемым темам. Проработка учебного материала; подготовка к тестированию, коллоквиуму и зачёту. | 3 4 | тестирование коллоквиум, проверка решения задач тестирование коллоквиум, |

11. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

а) Список рекомендуемой литературы

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

ОСНОВНАЯ:

основная:


1. Серова, Е. Ю. Хроматографические методы анализа : учебное пособие / Е. Ю. Серова, Б. Н. Дрикер. — Екатеринбург : УГЛТУ, 2019. — 96 с. — ISBN 978-5-94984-730-5. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/142573>
2. Хроматографические методы анализа : учебное пособие / Е. В. Пашкова, Е. В. Волосова, А. Н. Шипуля [и др.]. — Ставрополь : СтГАУ, 2017. — 59 с. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/107233>
3. Серов, Ю. М. Хроматографические методы анализа : учебное пособие / Ю. М. Серов, В. Ю. Конюхов, А. Ю. Крюков. — Москва : Российский университет дружбы народов, 2011. — 220 с. — ISBN 978-5-209-03574-9. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <https://www.iprbookshop.ru/11544.html>

дополнительная:

1. Иванова, Н. В. Введение в хроматографические методы анализа : учебное пособие / Н. В. Иванова, О. Н. Булгакова, Г. О. Рамазанова. — Кемерово : КемГУ, 2020. — 95 с. — ISBN 978-5-8353-2669-3. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/162606>
2. Хроматографические методы анализа : учебное пособие / Е. В. Пашкова, Е. В. Волосова, А. Н. Шипуля [и др.]. — Ставрополь : Ставропольский государственный аграрный университет, АГРУС, 2017. — 59 с. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <https://www.iprbookshop.ru/76128.html>
3. Пругло, Г. Ф. Хроматографические методы анализа : учебное пособие / Г. Ф. Пругло, О. В. Фёдорова, Р. А. Смит. — Санкт-Петербург : Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна, 2017. — 85 с. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <https://www.iprbookshop.ru/102592.html>

учебно-методическая:

1. Брынских Г. Т. Введение в хроматографические методы анализа : методические указания для самостоятельной работы студентов 2 курса экологического факультета направления подготовки бакалавриат 04.03.01 – Химия / Г. Т. Брынских; УлГУ, ИМЭиФК. - Ульяновск : УлГУ, 2019. - Загл. с экрана; Неопубликованный ресурс. - Электрон. текстовые дан. (1 файл : 565 КБ). - Текст : электронный.
<http://lib.ulsu.ru/MegaPro/Download/MObject/6988>

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

б) программное обеспечение

1. Microsoft Office
2. ОС Windows Professional
3. Антиплагиат ВУЗ

в) Профессиональные базы данных, информационно-справочные системы

1. Электронно-библиотечные системы:

Цифровой образовательный ресурс IPRsmart : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Компания «Ай Пи Ар Медиа». - Саратов, [2023]. – URL: <http://www.iprbookshop.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст :электронный.

Образовательная платформа ЮРАЙТ : образовательный ресурс, электронная библиотека : сайт / ООО Электронное издательство «ЮРАЙТ». – Москва, [2023]. - URL: <https://urait.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

База данных «Электронная библиотека технического ВУЗа (ЭБС «Консультант студента») : электронно-библиотечная система : сайт / ООО «Политехресурс». – Москва, [2023]. – URL: <https://www.studentlibrary.ru/cgi-bin/mb4x>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

ЭБС Лань : электронно-библиотечная система : сайт / ООО ЭБС «Лань». – Санкт-Петербург, [2023]. – URL: <https://e.lanbook.com>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

ЭБС Znanium.com : электронно-библиотечная система : сайт / ООО «Знаниум». - Москва, [2023]. - URL: <http://znanium.com> . – Режим доступа : для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

2. **КонсультантПлюс** [Электронный ресурс]: справочная правовая система. / ООО «Консультант Плюс» - Электрон. дан. - Москва : КонсультантПлюс, [2023].

3. Базы данных периодических изданий:

eLIBRARY.RU: научная электронная библиотека : сайт / ООО «Научная Электронная Библиотека». – Москва, [2023]. – URL: <http://elibrary.ru>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный

Электронная библиотека «Издательского дома «Гребенников» (Grebinnikon) : электронная библиотека / ООО ИД «Гребенников». – Москва, [2023]. – URL: <https://id2.action-media.ru/Personal/Products>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный.

4. **Федеральная государственная информационная система «Национальная электронная библиотека»** : электронная библиотека : сайт / ФГБУ РГБ. – Москва, [2023]. – URL: <https://нэб.рф>. – Режим доступа : для пользователей научной библиотеки. – Текст : электронный.

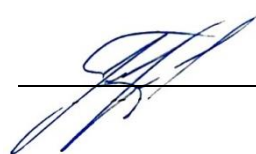
5. **Российское образование** : федеральный портал / учредитель ФГАУ «ФИЦТО». – URL: <http://www.edu.ru>. – Текст : электронный.

6. **Электронная библиотечная система УлГУ** : модуль «Электронная библиотека» АБИС Мега-ПРО / ООО «Дата Экспресс». – URL: <http://lib.ulsu.ru/MegaPro/Web>. – Режим доступа : для пользователей научной библиотеки. –Текст : электронный.

Согласовано

Начальник Управления информационных технологий и телекоммуникаций

П.П. Бурдин




15.05. 2023

12 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЫ

ОБЕСПЕЧЕНИЕ

НАУЧНО-

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет | Форма |  |
| Ф - Рабочая программа дисциплины | | |

Учебная аудитория 225 для проведения лекций, занятий лабораторного типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации (с набором демонстрационного оборудования для обеспечения тематических иллюстраций в соответствии с рабочей программой дисциплины). Помещение укомплектовано специализированной мебелью на 24 посадочных мест и техническими средствами: экран настенный, доска аудиторная. Рабочее место преподавателя, WI-FI, интернет. Площадь 42,93 кв.м.

Учебная аудитория для самостоятельной работы студентов 230 с доступом к ЭБС. для самостоятельной работы студентов, Wi-Fi с доступом к ЭИОС, ЭБС. Компьютерный класс укомплектованный специализированной мебелью на 32 посадочных мест и техническими средствами обучения (16 персональных компьютеров) с доступом к сети «Интернет», ЭИОС, ЭБС. Площадь 93,51 кв.м.

Читальный зал научной библиотеки (аудитория 237) с зоной для самостоятельной работы, Wi-Fi с доступом к ЭИОС, ЭБС. Аудитория укомплектована специализированной мебелью на 80 посадочных мест и оснащена компьютерной техникой с доступом к сети «Интернет», ЭИОС, ЭБС, экраном и проектором. Площадь 220,39 кв.м.

13 СПЕЦИАЛЬНЫЕ УСЛОВИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ

В случае необходимости, обучающимся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья (по заявлению обучающегося) могут предлагаться одни из следующих вариантов восприятия информации с учетом их индивидуальных психофизических особенностей:

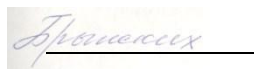
- для лиц с нарушениями зрения: в печатной форме увеличенным шрифтом; в форме электронного документа; в форме аудиофайла (перевод учебных материалов в аудиоформат); в печатной форме на языке Брайля; индивидуальные консультации с привлечением тифлосурдопереводчика; индивидуальные задания и консультации;

- для лиц с нарушениями слуха: в печатной форме; в форме электронного документа; видеоматериалы с субтитрами; индивидуальные консультации с привлечением сурдопереводчика; индивидуальные задания и консультации;

- для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата: в печатной форме; в форме электронного документа; в форме аудиофайла; индивидуальные задания и консультации.

В случае необходимости использования в учебном процессе частично/исключительно дистанционных образовательных технологий, организация работы ППС с обучающимися с ОВЗ и инвалидами предусматривается в электронной информационно-образовательной среде с учетом их индивидуальных психофизических особенностей.

Разработчик



доцент Брынских Г.Т.

16.05.23

а) Список рекомендуемой литературы

основная

1 Коротков, В. С. Метрология, стандартизация и сертификация : учебное пособие / В. С. Коротков, А. И. Афонасов. — Томск : Томский политехнический университет, 2015. — 188 с. — ISBN 978-5-4387-0464-5. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <https://www.iprbookshop.ru/34681.html>

2 Алексеева, Н. В. Процессы и аппараты защиты окружающей среды в нефтегазовой отрасли : учебное пособие / Н. В. Алексеева, Е. В. Романова. — Тамбов : Тамбовский государственный технический университет, ЭБС АСВ, 2020. — 81 с. — ISBN 978-5-8265-2277— Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <https://www.iprbookshop.ru/115739.html>

3 Быков, А. П. Инженерная экология. Часть 1 : учебное пособие / А. П. Быков. — Новосибирск : Новосибирский государственный технический университет, 2011. — 208 с. — ISBN 978-5-7782-1634-1. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <https://www.iprbookshop.ru/44925.html>

Дополнительная


1. Николаев, М. И. Метрология, стандартизация, сертификация и управление качеством / Николаев М. И. - Москва : Национальный Открытый Университет "ИНТУИТ", 2016. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : https://www.studentlibrary.ru/book/intuit_145.html

2. Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 2. Физико-химические методы анализа : учебник и практикум для вузов / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. — 3-е изд., испр. и доп. — Москва : Издательство Юрайт, 2020. — 344 с. — (Высшее образование). — ISBN 978-5-534-09460-2. — Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. — URL: <https://urait.ru/bcode/450453>

Учебно-методическая

1. Андреева Т. С. Стандартизация и сертификация материалов : методические указания для выполнения лабораторных работ и самостоятельной работы студентов направления подготовки 04.03.01 Химия / Т. С. Андреева; УлГУ, Экол. фак. - Ульяновск : УлГУ, 2019. – 34 с. - Неопубликованный ресурс. - URL: <http://lib.ulsu.ru/MegaPro/Download/MObject/10926> . - Режим доступа: ЭБС УлГУ. - Текст : электронный.

Согласовано:

Специалист ведущий НБ УлГУ / Стадольникова Д.Р.  29.08.2024
Должность сотрудника научной библиотеки ФИО подпись дата

в) Профессиональные базы данных, информационно-справочные системы

1. Электронно-библиотечные системы:

1.1. Цифровой образовательный ресурс IPRsmart : электронно-библиотечная система : сайт /

ООО Компания «Ай Пи Ар Медиа». - Саратов, [2024]. – URL: <http://www.iprbookshop.ru>. – Режим

доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.2. Образовательная платформа ЮРАЙТ : образовательный ресурс, электронная библиотека :

сайт / ООО Электронное издательство ЮРАЙТ. – Москва, [2024]. - URL: <https://urait.ru>. – Режим

доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.3. База данных «Электронная библиотека технического ВУЗа (ЭБС «Консультант студента») :

электронно-библиотечная система : сайт / ООО Политехресурс. – Москва, [2024].

– URL: <https://www.studentlibrary.ru/cgi-bin/mb4x>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.4. Консультант врача. Электронная медицинская библиотека : база данных : сайт /

ООО Высшая школа организации и управления здравоохранением-Комплексный медицинский консалтинг. – Москва, [2024]. – URL: <https://www.rosmedlib.ru>. –

Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.5. Большая медицинская библиотека : электронно-библиотечная система : сайт /

ООО Букап. – Томск, [2024]. – URL: <https://www.books-up.ru/ru/library/>. – Режим

доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.6. ЭБС Лань : электронно-библиотечная система : сайт / ООО ЭБС Лань. – Санкт-

Петербург, [2024]. – URL: <https://e.lanbook.com>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.7. ЭБС **Znanium.com** : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Знаниум.

- Москва, [2024]. - URL: <http://znanium.com> . – Режим доступа : для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

2. КонсультантПлюс [Электронный ресурс]: справочная правовая система. /ООО «Консультант Плюс» - Электрон. дан. - Москва : КонсультантПлюс, [2024].

3. eLIBRARY.RU: научная электронная библиотека : сайт / ООО «Научная Электронная Библиотека». – Москва, [2024]. – URL: <http://elibrary.ru>. – Режим

доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный

4. Федеральная государственная информационная система «Национальная

электронная библиотека» : электронная библиотека : сайт / ФГБУ РГБ. – Москва, [2024]. – URL: <https://нэб.рф>. – Режим доступа : для пользователей

научной библиотеки. – Текст : электронный.

5. Российское образование : федеральный портал / учредитель ФГАУ «ФИЦТО».

– URL: <http://www.edu.ru>. – Текст : электронный.

6. Электронная библиотечная система УлГУ : модуль «Электронная

библиотека» АБИС Мега-ПРО / ООО «Дата Экспресс». – URL: <http://lib.ulsu.ru/MegaPro/Web>. – Режим доступа : для пользователей научной

библиотеки. – Текст : электронный.