

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«КУБАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Факультет химии и высоких технологий

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе,
качеству образования – первый
проректор



Хагуров Т.А.

2021 г.

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)
Б1.В.07 ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
В ЭКСПЕРТИЗЕ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ
И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ**

Направление подготовки/специальность 04.03.01 Химия

Направленность (профиль) / специализация Химическая экспертиза и экологическая безопасность

Форма обучения – очная

Квалификация – выпускника бакалавр

Краснодар 2021

Рабочая программа дисциплины «Хроматографические методы в экспертизе качества сырья и готовой продукции» составлена в соответствии с федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования (ФГОС ВО) по направлению подготовки 04.03.01 Химия

Программу составили:

Н.В. Киселева, доцент кафедры аналитической химии, кандидат химических наук, доцент



В.В. Милевская, ст. преподаватель кафедры аналитической химии, кандидат химических наук

Рабочая программа дисциплины «Хроматографические методы в экспертизе качества сырья и готовой продукции» утверждена на заседании кафедры (разработчика) аналитической химии
протокол № 5 от 18 мая 2021 г.
Заведующий кафедрой (разработчика) Темердашев З.А.



Утверждена на заседании учебно-методической комиссии факультета химии и высоких технологий
протокол № 7 от 24 мая 2021 г.
Председатель УМК факультета Беспалов А.В.
канд. хим. наук, доцент



Рецензент:

Кандидат химических наук,

Начальник химико-аналитической лаборатории Краснодарского ЛПУМГ ООО «Газпром трансгаз Краснодар» И.А. Колычев

1. Цели и задачи освоения дисциплины

1.1 Цель дисциплины

Целью изучения учебной дисциплины «Хроматографические методы в экспертизе качества сырья и готовой продукции» является формирование у студентов современных представлений о методах хроматографического разделения и анализа многокомпонентных смесей и методологических подходах к оптимизации условий разделения, обнаружения, идентификации и количественной оценки результатов анализа для повышения чувствительности, точности и экспрессности.

1.2. Задачи дисциплины

- формирование системного представления о хроматографических методах, их особенностях, проблемах реализации и областях применения;
- изучение современных приборных средств хроматографического анализа и возможностей их программного обеспечения.

1.3 Место дисциплины (модуля) в структуре ООП ВО

Дисциплина «Хроматографические методы в экспертизе качества сырья и готовой продукции» относится к части учебного плана, формируемой участниками образовательных отношений. Для ее изучения студент должен знать физико-химические основы методов разделения, сорбционных процессов, основы математической статистики.

1.4 Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Изучение данной учебной дисциплины направлено на формирование у обучающихся профессиональных компетенций (ПК):

владеет базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований, экспертиз, сертификационных испытаний, обработке полученных результатов (ПК-2);

готов осуществлять контроль качества сырья и готовой продукции с использованием современных средств и методов исследования и анализа для целей экспертизы, паспортизации и сертификации (ПК-4).

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине
ПК-2 владеет базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований, экспертиз, сертификационных испытаний, обработке полученных результатов	
ИПК-2.1 использует современную аппаратуру при проведении научных исследований экспертиз, сертификационных испытаний	Знает блок-схемы газовых и жидкостных хроматографов, их аналитические возможности
	Умеет оптимизировать условия анализа, варьируя параметры хроматографического разделения
	Владеет навыками работы на хроматографическом оборудовании
ИПК-2.2. владеет базовыми навыками обработки полученных результатов	Знает способы качественной и количественной оценки результатов
	Умеет интерпретировать результаты при проведении научных исследований, экспертиз, сертификационных испытаний
	Владеет способами обработки и представления полученных результатов

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине
ПК-4 готов осуществлять контроль качества сырья и готовой продукции с использованием современных средств и методов исследования и анализа для целей паспортизации и сертификации	
ИПК-4.1. использует современные средства и методы исследования и анализа для контроля качества сырья и готовой продукции	Знает теоретические основы хроматографического разделения и детектирования аналитов
	Умеет аргументировано выбирать схемы анализа с применением различных вариантов газовой и жидкостной хроматографии
	Владеет практическими приемами применения закономерностей хроматографического разделения для решения практических задач в области экспертизы, паспортизации и сертификации
ИПК-4.2. использует результаты контроля качества сырья и готовой продукции для целей экспертизы, паспортизации и сертификации	Знает аналитические возможности современных хроматографических методов для целей экспертизы, паспортизации и сертификации
	Умеет интерпретировать результаты хроматографического анализа для целей экспертизы, паспортизации и сертификации
	Владеет практическими приемами обработки результатов при решении практических задач в области паспортизации и сертификации

2. Структура и содержание дисциплины

2.1 Распределение трудоёмкости дисциплины по видам работ

Общая трудоёмкость дисциплины составляет 5 зач. ед. (180 часов), их распределение по видам работ представлено в таблице (для студентов ОФО).

Вид учебной работы		Всего часов	Семестры (часы)			
			7			
Контактная работа, в том числе:		108,3	108,3			
Аудиторные занятия (всего):		102	102			
Занятия лекционного типа		34	34	-	-	-
Лабораторные занятия		68	68	-	-	-
Занятия семинарского типа (семинары, практические занятия)		-	-	-	-	-
Иная контактная работа:						
Контроль самостоятельной работы (КСР)		6	6			
Промежуточная аттестация (ИКР)		0,3	0,3			
Самостоятельная работа, в том числе:		45	45			
Курсовая работа		-	-	-	-	-
Проработка учебного (теоретического) материала		20,0	20,0	-	-	-
Выполнение индивидуальных заданий (подготовка сообщений, презентаций)		15,0	15,0	-	-	-
Реферат		-	-	-	-	-
Подготовка к текущему контролю		10,0	10,0	-	-	-
Контроль:						
Подготовка к экзамену		26,7	26,7			
Общая трудоёмкость	час.	180	180	-	-	-

	в том числе контактная работа	108,3	108,3			
	зач. ед	5	5			

2.2. Структура дисциплины

Распределение видов учебной работы и их трудоёмкости по разделам дисциплины.
Разделы дисциплины, изучаемые в 7 семестре (для студентов ОФО)

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		Всего	Аудиторная работа			Самостоятельная работа
			Л	ПЗ	ЛР	
1	2	3	4	5	6	7
1	Принцип метода хроматографии. Классификация хроматографических методов анализа. Основные термины и понятия хроматографии	32	8		16	8
2	Газовая хроматография	36	8		20	8
3	Высокоэффективная жидкостная хроматография	28	8		12	8
4	Другие варианты жидкостной хроматографии	26	8		12	6
5	Планарная хроматография	15	2		8	5
6	Итого по разделам дисциплины	137	34		68	35
7	Контроль самостоятельной работы (КСР)	6				
8	Промежуточная аттестация (ИКР)	0,3				
9	Подготовка к текущему контролю	10				10
10	Промежуточный контроль	26,7				
11	Общая трудоемкость по дисциплине	180				45

2.3 Содержание разделов дисциплины

2.3.1 Занятия лекционного типа

№	Наименование раздела	Содержание раздела	Форма текущего контроля
1	2	3	4

1	Принцип метода хроматографии. Классификация хроматографических методов анализа. Основные термины и понятия хроматографии	Классификация хроматографических методов анализа. Виды хроматографии по способам реализации. Основные хроматографические параметры. Теоретические основы хроматографического разделения. Факторы, влияющие на эффективность разделения. Качественный и количественный анализ в хроматографии.	Собеседование
2	Газовая хроматография	Газо-жидкостная и газо-адсорбционная хроматография. Неподвижные фазы, их классификация. Неподвижные жидкие фазы, константы Роршайндера и Мак-Рейнольдса. Аппаратурное оформление метода газовой хроматографии, детекторы (катарометр, пламенно-ионизационный, пламенно-фотометрический, масс-спектрометрический и др.), колонки. Идентификация веществ и получение количественных данных методом газовой хроматографии. Оптимизация условий анализа. Специальные варианты газовой хроматографии: сверхкритическая флюидная, пиролитическая, вытеснительная и др. Газовая хромато-масс-спектрометрия.	Собеседование
3	Высокоэффективная жидкостная хроматография	Нормально-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография. Физико-химические взаимодействия в системе сорбент-элюент-компонент, теория разделения Снайтера. Классификация и свойства подвижных фаз. Обратной-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография на связанных фазах. Модифицированные силикагели. Подвижные фазы. Оптимизация условий анализа. Аппаратурное оформление метода. Детекторы: спектрофотометрические, электрохимические, рефрактометрические, флуоресцентные и др.	Собеседование

4	Другие варианты жидкостной хроматографии	Закономерности ионообменных процессов, факторы, влияющие на хроматографическое разделение. Ионная хроматография. Ион-парный вариант ВЭЖХ, модификация подвижной фазы. Детекторы и колонки, подавление фоновой электропроводности подвижной фазы. Эксклюзионная хроматография, особенности и способы реализации. Препаративная ВЭЖХ.	Собеседование, доклад
5	Планарная хроматография	Достоинства и недостатки, способы реализации: восходящая и нисходящая, двумерная, радиальная. Идентификация и количественное определение, обработка хроматограмм и интерпретация результатов.	Собеседование

2.3.2 Занятия семинарского типа

Занятия семинарского типа не предусмотрены

2.3.3 Лабораторные занятия

№	Наименование лабораторных работ	Форма текущего контроля
1.	Расчет индексов удерживания, идентификация. Определение эффективности хроматографической колонки	Собеседование в форме защиты лабораторных работ Доклады
2.	Разделение смеси углеводов, количественный анализ, расчеты в газовой хроматографии	
3.	Программируемый режим в ГЖХ. Разделение смеси спиртов	
4.	Разделение многокомпонентной смеси органических веществ. Определение состава растворителя 646	
5.	ГЖХ определение пестицидов в объектах окружающей среды	
6.	Определение нефтепродуктов в почве методом ГХ-ПИД	
7.	Определение фенольных кислот методом ВЭЖХ в растительных фармматериалах	
8.	Определение сахаров в соковой продукции методом ВЭЖХ-РМД	
9.	Анализ пчелиного меда методом ТСХ	

2.3.4 Примерная тематика курсовых работ

Курсовые работы не предусмотрены

2.4 Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине (модулю)

№	Вид СРС	Перечень учебно-методического обеспечения дисциплины по выполнению самостоятельной работы
---	---------	---

1	Принцип метода хроматографии. Классификация хроматографических методов анализа. Основные термины и понятия хроматографии	1 Сычев С.Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография: аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем [Текст]: учебное пособие / С. Н. Сычев, В. А. Гаврилина. – Санкт-Петербург [и др.]: Лань, 2013. – 255 с.
2	Газовая хроматография	2 Аналитическая химия. Проблемы и подходы (в 2-х т.), под. ред. Кельнера Р., Мерме Ж.-М., Отто М., Видмер Г.М., пер. с англ., М.: Мир АСТ, 2004.
3	Высокоэффективная жидкостная хроматография	3 Хроматография [Текст]: учебник / В. Ю. Конюхов. – Санкт-Петербург [и др.]: Лань, 2012. – 222 с.
4	Другие варианты жидкостной хроматографии	4 Растворители в ВЭЖХ [Текст] = THE HPLC SOLVENT GUIDE / П. Садек; пер. с англ. А. А. Горбатенко и Е. И. Ревинной. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 704 с.
5	Планарная хроматография	5 Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза [Текст] / Ю. Беккер; пер. с нем. В. С. Куровой под ред. А. А. Курганова. – М.: Техносфера, 2009. – 470 с. 6 Методические рекомендации к организации аудиторной и внеаудиторной (самостоятельной) работы студентов: Методические указания/составители Т.П. Стороженко, Т.Б. Починок, А.В. Беспалов, Н.В. Лоза. – Краснодар, Кубанский госуниверситет, 2018, 89 с.

Учебно-методические материалы для самостоятельной работы обучающихся из числа инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья (ОВЗ) предоставляются в формах, адаптированных к ограничениям их здоровья и восприятия информации:

Для лиц с нарушениями зрения:

- в печатной форме увеличенным шрифтом,
- в форме электронного документа,
- в форме аудиофайла,
- в печатной форме на языке Брайля.

Для лиц с нарушениями слуха:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа.

Для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа,
- в форме аудиофайла.

Данный перечень может быть конкретизирован в зависимости от контингента обучающихся.

3. Образовательные технологии

В учебном процессе используются следующие образовательные технологии: проведение лекций как с использованием мультимедийного оборудования, так и без.

Метод малых групп, разбор практических задач, групповые дискуссии, обсуждение экспериментальных результатов.

Для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья реализуются индивидуальные образовательные технологии, которые позволяют полностью индивидуализировать содержание, методы и темпы учебной деятельности инвалида, вносить вовремя необходимые коррекции как в деятельность студента-инвалида, так и в деятельность преподавателя.

Для лиц с ограниченными возможностями здоровья предусмотрена организация консультаций с использованием электронной почты.

4. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации

4.1 Оценочные средства для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации

Оценочные средства предназначены для контроля и оценки образовательных достижений обучающихся, освоивших программу учебной дисциплины «Основы хроматографии».

Оценочные средства включают контрольные материалы для проведения **текущего контроля** в форме докладов с презентациями, разноуровневых заданий, ситуационных задач, отчетов по лабораторным работам и **промежуточной аттестации** в форме вопросов и заданий к экзамену.

Оценочные средства для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья выбираются с учетом их индивидуальных психофизических особенностей.

- при необходимости инвалидам и лицам с ограниченными возможностями здоровья предоставляется дополнительное время для подготовки ответа на экзамене;

- при проведении процедуры оценивания результатов обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья предусматривается использование технических средств, необходимых им в связи с их индивидуальными особенностями;

- при необходимости для обучающихся с ограниченными возможностями здоровья и инвалидов процедура оценивания результатов обучения по дисциплине может проводиться в несколько этапов.

Процедура оценивания результатов обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья по дисциплине (модулю) предусматривает предоставление информации в формах, адаптированных к ограничениям их здоровья и восприятия информации:

Для лиц с нарушениями зрения:

- в печатной форме увеличенным шрифтом,
- в форме электронного документа.

Для лиц с нарушениями слуха:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа.

Для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа.

Данный перечень может быть конкретизирован в зависимости от контингента обучающихся.

Текущий контроль успеваемости проводится в форме опроса, решения ситуационных задач, собеседования по применению методов хроматографии для оценки характеристик объектов, защиты лабораторных работ.

Структура фонда оценочных средств для текущей и промежуточной аттестации

№ п/п	Контролируемые разделы (темы) дисциплины	Код контролируемой компетенции (или ее части)	Наименование оценочного средства	
			Текущий контроль	Промежуточная аттестация
1	Принцип метода хроматографии. Классификация хроматографических методов анализа. Основные термины и понятия хроматографии	ПК-2, ПК-4	Собеседование, лабораторная работа	Вопросы на экзамене 1-5, 19,20
2	Газовая хроматография	ПК-2, ПК-4	Собеседование, лабораторная работа	Вопросы на экзамене 6-11
3	Высокоэффективная жидкостная хроматография	ПК-2, ПК-4	Собеседование, лабораторная работа	Вопросы на экзамене 12-16
4	Другие варианты жидкостной хроматографии	ПК-2, ПК-4	Собеседование, доклад	Вопросы на экзамене 17
5	Тонкослойная хроматография	ПК-2, ПК-4	Собеседование, лабораторная работа	Вопрос на экзамене 18

Показатели, критерии и шкала оценки сформированных компетенций

Код и наименование компетенций	Соответствие уровней освоения компетенции планируемым результатам обучения и критериям их оценивания		
	пороговый	базовый	продвинутый
	Оценка		
	Удовлетворительно /зачтено	Хорошо/зачтено	Отлично /зачтено
ПК-2 владеет базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении	<i>Знает</i> – частично блок-схемы газовых и жидкостных хроматографов, некоторые способы количественной оценки	<i>Знает</i> - блок-схемы газовых и жидкостных хроматографов, их аналитические возможности; способы	<i>Знает</i> - блок-схемы газовых и жидкостных хроматографов, их аналитические возможности; способы

научных исследований, экспертиз, сертификационных испытаний, обработке полученных результатов	хроматографического анализа	качественной и количественной оценки результатов хроматографического анализа; способы обработки полученных результатов	количественной оценки хроматографического анализа способы повышения эффективности анализа и ее оценки
	<i>Умеет</i> - варьировать параметры хроматографического разделения	<i>Умеет</i> - оптимизировать условия анализа, варьируя параметры хроматографического разделения при проведении научных исследований, экспертиз, сертификационных испытаний	<i>Умеет</i> - оптимизировать условия анализа, варьируя параметры хроматографического разделения, анализировать результаты с целью определения дальнейших исследований
	<i>Владеет</i> - основными навыками работы на хроматографическом оборудовании	<i>Владеет</i> - навыками работы на хроматографическом оборудовании и техникой эксперимента обработки полученных результатов	<i>Владеет</i> - в полном объеме навыками работы на хроматографическом оборудовании и техникой эксперимента по подбору условий анализа
ПК-4 готов осуществлять контроль качества сырья и готовой продукции с использованием современных средств и методов исследования и анализа для целей экспертизы, паспортизации и сертификации	<i>Знает</i>- аналитические возможности хроматографических методов и примеры их практического применения для контроля качества продукции	<i>Знает</i>- теоретические основы хроматографического разделения и последующего детектирования аналитов для целей экспертизы, паспортизации и сертификации; аналитические возможности современных хроматографических методов	<i>Знает</i> - теоретические основы хроматографического разделения и последующего детектирования аналитов для целей экспертизы, паспортизации и сертификации; аналитические возможности хроматографических методов, принципы выбора методики анализа
	<i>Умеет</i> -	<i>Умеет</i> -	<i>Умеет</i> -

	анализировать возможности различных вариантов газовой и жидкостной хроматографии	аргументировано выбирать схемы анализа с применением различных вариантов газовой и жидкостной хроматографии для целей экспертизы, паспортизации и сертификации	разрабатывать схемы анализа с применением различных вариантов газовой и жидкостной хроматографии для целей экспертизы, паспортизации и сертификации
	<i>Владеет - практическими приемами хроматографического разделения для анализа конкретных видов продукции</i>	<i>Владеет - практически-ми приемами применения закономерностей хроматографического разделения для решения практических задач в области экспертизы, паспортизации и сертификации</i>	<i>Владеет - практическими приемами применения закономерностей хроматографического разделения для оптимизации условий анализа в области экспертизы, паспортизации и сертификации</i>

Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы

Текущий контроль проводится путем проведения опросов студентов в ходе лабораторных занятий, в форме собеседования, заслушивания и обсуждения докладов и защиты лабораторных работ. При проведении текущего контроля используют **контрольные вопросы.**

1. Расчет индексов удерживания, идентификация. Определение эффективности хроматографической колонки
2. Разделение смеси углеводородов, количественный анализ, расчеты в газовой хроматографии
3. Программируемый режим в ГЖХ. Разделение смеси спиртов
4. Разделение многокомпонентной смеси органических веществ. Определение состава растворителя 646
5. ГЖХ определение пестицидов в объектах окружающей среды
6. Определение нефтепродуктов в почве методом ГХ-ПВД
7. Определение фенольных кислот методом ВЭЖХ в растительных фарматериалах
8. Определение сахаров в соковой продукции методом ВЭЖХ-РМД
9. Анализ пчелиного меда методом ТСХ

Темы докладов:

Специальные варианты жидкостной хроматографии

Сверхкритическая флюидная хроматография
Применение методов хроматографии в производственной и научной практике

Вопросы для собеседования:

Раздел 1. Принцип метода хроматографии. Классификация хроматографических методов анализа. Основные термины и понятия хроматографии

1. Принцип метода хроматографии. Задачи и применение хроматографии.
2. Классификация методов хроматографии по признаку природы явлений в основе разделения, по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по методике проведения.
3. Основные параметры хроматографического процесса. Концепция теоретических тарелок. Кинетическая теория. Размывание хроматографической зоны. Хроматографический пик. Коэффициент асимметрии и размытия. Форма изотермы сорбции и соответствующие им профили хроматографических пиков.
4. Параметры удерживания. Время удерживания. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания. Коэффициент емкости.
5. Параметры разделения. Коэффициент распределения. Разрешение. Эффективность хроматографической колонки. Число теоретических тарелок. Высота эквивалентная теоретической тарелке. Селективность.
6. Особенности методики хроматографического анализа сложных смесей: выбор метода пробоподготовки, фракционирование проб, обеспечение необходимого уровня эффективности и селективности колонки, обеспечение полноты детектирования.
7. Построение схемы анализа реальных объектов с использованием метода хроматографии, выбор метода.

Раздел 2. Газовая хроматография

1. Принципы идентификации веществ в газовой хроматографии и жидкостной хроматографии. Индексы Ковача. Метод стандартной добавки.
2. Количественный анализ, принципы и подходы к интерпретации полученных данных в хроматографии.
3. Схема газового хроматографа. Основные узлы хроматографа, их назначение и принцип действия.
4. Насадочные и капиллярные колонки для газовой хроматографии. Сорбенты. Неподвижные жидкие фазы. Конденционирование колонок. Техника ввода пробы. Программируемый режим хроматографирования.
5. Детекторы в газовой хроматографии. Чувствительность детектора. Порог чувствительности. Линейный диапазон детектора. Газовая хромато-масс-спектрометрия.
6. Оптимизация условий анализа в газовой хроматографии. Применение ГХ. Специальные варианты ГХ.

Раздел 3. Высокоэффективная жидкостная хроматография

1. Аппаратурное оформление ВЭЖХ. Основные узлы хроматографа, их назначение и принцип действия.
2. Нормально-фазовая ВЭЖХ. Колонки, подвижные фазы и применение.
3. Обращенно-фазовая ВЭЖХ. Колонки, подвижные фазы и применение.
4. Элюирующая сила растворителя, оптимизация условий анализа в жидкостной хроматографии. Классификация растворителей по полярности.

5. Детекторы жидкостной хроматографии. Параметры детектирования: чувствительность, соотношение сигнал/шум, линейный диапазон детектора. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия.

Раздел 4. Другие варианты жидкостной хроматографии

1. Ионная, ионо-обменная хроматография. Ион-парная жидкостная хроматография.
2. Элюирующая сила растворителя, оптимизация условий анализа в жидкостной хроматографии. Классификация растворителей по полярности.
3. Детекторы жидкостной хроматографии. Параметры детектирования: чувствительность, соотношение сигнал/шум, линейный диапазон детектора. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия.

Раздел 5. Тонкослойная хроматография

1. Планарная хроматография и ее виды. Принципы применения ТСХ.
2. Построение схемы анализа реальных объектов с использованием метода ТСХ.

Перечень вопросов для промежуточной аттестации (экзамен)

1. Принцип метода хроматографии. Задачи и применение хроматографии. Классификация методов хроматографии по признаку природы явлений в основе разделения, по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по методике проведения.
2. Основные параметры хроматографического процесса. Концепция теоретических тарелок. Кинетическая теория. Размывание хроматографической зоны. Хроматографический пик. Коэффициент асимметрии и размытия. Форма изотермы сорбции и соответствующие им профили хроматографических пиков.
3. Параметры удерживания. Время удерживания. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания. Коэффициент емкости
4. Параметры разделения. Коэффициент распределения. Разрешение. Эффективность хроматографической колонки. Число теоретических тарелок. Высота эквивалентная теоретической тарелке. Селективность.
5. Принципы идентификации веществ в газовой хроматографии и жидкостной хроматографии. Индексы Ковача. Метод стандартной добавки.
6. Количественный анализ, принципы и подходы к интерпретации полученных данных в хроматографии.
7. Схема газового хроматографа. Основные узлы хроматографа, их назначение и принцип действия.
8. Насадочные и капиллярные колонки для газовой хроматографии. Сорбенты. Неподвижные жидкие фазы. Конденционирование колонок. Техника ввода пробы. Программируемый режим хроматографирования.
9. Детекторы в газовой хроматографии. Чувствительность детектора. Порог чувствительности. Линейный диапазон детектора. Газовая хромато-масс-спектрометрия.
10. Оптимизация условий анализа в газовой хроматографии. Применение ГХ. Специальные варианты ГХ.
11. Аппаратурное оформление ВЭЖХ. Основные узлы хроматографа, их назначение и принцип действия.
12. Нормально-фазовая ВЭЖХ. Колонки, подвижные фазы и применение.
13. Обращенно-фазовая ВЭЖХ. Колонки, подвижные фазы и применение.

14. Элюирующая сила растворителя, оптимизация условий анализа в жидкостной хроматографии. Классификация растворителей по полярности.
15. Детекторы жидкостной хроматографии. Параметры детектирования: чувствительность, соотношение сигнал/шум, линейный диапазон детектора.
16. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия.
17. Ионная, ионо-обменная хроматография. Ион-парная жидкостная хроматография.
18. Планарная хроматография и ее виды. Принципы применения ТСХ.
19. Особенности методики хроматографического анализа сложных смесей: выбор метода пробоподготовки, фракционирование проб, обеспечение необходимого уровня эффективности и селективности колонки, обеспечение полноты детектирования.
20. Построение схемы анализа реальных объектов с использованием метода хроматографии, выбор метода.

Примеры тем для проведения текущего контроля, темы докладов:

История хроматографии;

Хроматография. Влияние на развитие науки в целом;

Хроматография как метод разделения и очистки объектов окружающей среды;

Применение хроматографических методов в криминалистике и медицине.

Контрольные вопросы для проведения промежуточной аттестации

1. Принцип метода хроматографии. Задачи и применение хроматографии.
2. Классификация методов хроматографии по признаку природы явлений в основе разделения, по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по методике проведения.
3. Основные параметры хроматографического процесса. Концепция теоретических тарелок. Кинетическая теория. Размывание хроматографической зоны. Хроматографический пик. Коэффициент асимметрии и размытия. Форма изотермы сорбции и соответствующие им профили хроматографических пиков.
4. Параметры удерживания. Время удерживания. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания. Коэффициент емкости.
5. Параметры разделения. Коэффициент распределения. Разрешение. Эффективность хроматографической колонки. Число теоретических тарелок. Высота эквивалентная теоретической тарелке. Селективность.
6. Принципы идентификации веществ в газовой хроматографии и жидкостной хроматографии. Индексы Ковача. Метод стандартной добавки.
7. Количественный анализ, принципы и подходы к интерпретации полученных данных в хроматографии.
8. Схема газового хроматографа. Основные узлы хроматографа, их назначение и принцип действия.
9. Насадочные и капиллярные колонки для газовой хроматографии. Сорбенты. Неподвижные жидкие фазы. Конденционирование колонок. Техника ввода пробы. Программируемый режим хроматографирования.
10. Детекторы в газовой хроматографии. Чувствительность детектора. Порог чувствительности. Линейный диапазон детектора. Газовая хромато-масс-спектрометрия.
11. Оптимизация условий анализа в газовой хроматографии. Применение ГХ. Специальные варианты ГХ.
12. Аппаратурное оформление ВЭЖХ. Основные узлы хроматографа, их назначение и принцип действия.
13. Нормально-фазовая ВЭЖХ. Колонки, подвижные фазы и применение.
14. Обращенно-фазовая ВЭЖХ. Колонки, подвижные фазы и применение.

15. Элюирующая сила растворителя, оптимизация условий анализа в жидкостной хроматографии. Классификация растворителей по полярности.
16. Детекторы жидкостной хроматографии. Параметры детектирования: чувствительность, соотношение сигнал/шум, линейный диапазон детектора. Жидкостная хромато-масс-спектрометрия.
17. Ионная, ионо-обменная хроматография. Ион-парная жидкостная хроматография.
18. Планарная хроматография и ее виды. Принципы применения ТСХ.
19. Особенности методики хроматографического анализа сложных смесей: выбор метода пробоподготовки, фракционирование проб, обеспечение необходимого уровня эффективности и селективности колонки, обеспечение полноты детектирования.
20. Построение схемы анализа реальных объектов с использованием метода хроматографии, выбор метода.

Перечень компетенций (части компетенций), проверяемых оценочным средством владеет базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований, обработке полученных результатов (ПК-2); готов осуществлять контроль качества сырья и готовой продукции с использованием современных средств и методов исследования и анализа для целей паспортизации и сертификации (ПК-4).

Пример экзаменационного билета

ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет»
Факультет химии и высоких технологий
Кафедра аналитической химии
Дисциплина «Основы хроматографии»
Направление подготовки 27.03.01 "Стандартизация и метрология"

БИЛЕТ № 1

- 1 Принципы хроматографического разделения.
- 2 Детекторы в жидкостной хроматографии.
- 3 Классификация неподвижных фаз.

Зав. кафедрой профессор

З.А. Темердашев

4.2 Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций

Методические рекомендации преподавателям по методике проведения основных видов учебных занятий

Лекции

Методика чтения лекций

Лекции являются одним из основных методов обучения по дисциплине, которые должны решать следующие задачи:

–изложить важнейший материал программы курса, освещающий основные моменты;

–развить у студентов потребность к самостоятельной работе над учебной и научной литературой.

Главной задачей каждой лекции является раскрытие сущности темы и анализ ее главных положений. Рекомендуется на первой лекции довести до внимания студентов структуру курса и его разделы, а в дальнейшем указывать начало каждого раздела, суть и его задачи, а, закончив изложение, подводить итог по этому разделу, чтобы связать его со следующим.

Содержание лекций

Содержание лекций определяется рабочей программой курса. Крайне желательно, чтобы каждая лекция охватывала и исчерпывала определенную тему курса и представляла собой логически вполне законченную работу. Лучше сократить тему, но не допускать перерыва ее в таком месте, когда основная идея еще полностью не раскрыта.

Лабораторные занятия

Методика проведения лабораторных занятий

Целями проведения лабораторных работ являются:

- установление связей теории с практикой в форме экспериментального подтверждения положений теории;

- обучение студентов умению анализировать полученные результаты;

- контроль самостоятельной работы студентов по освоению курса;

- обучение навыкам профессиональной деятельности.

Цели лабораторного практикума достигаются наилучшим образом в том случае, если выполнению эксперимента предшествует определенная подготовительная внеаудиторная работа. Поэтому преподаватель обязан довести до всех студентов график выполнения лабораторных работ с тем, чтобы они могли заниматься целенаправленной домашней подготовкой.

Перед началом очередного занятия преподаватель должен удостовериться в готовности студентов к выполнению лабораторной работы путем короткого собеседования и проверки наличия у студентов заготовленных протоколов проведения работы.

Методические рекомендации к приему экзамена

Студенты обязаны сдать экзамен в соответствии с расписанием и учебным планом. Экзамен является формой контроля усвоения студентом учебной программы по дисциплине, выполнения лабораторных работ, подготовки к устному опросу (собеседованию), написания докладов.

Результат сдачи экзамена по прослушанному курсу должны оцениваться как итог деятельности студента в семестре, а именно – по посещаемости лекций, результатам работы на лабораторных занятиях, выполнения самостоятельной работы. При этом допускается на очной форме обучения пропуск не более 20% занятий с обязательной отработкой пропущенных лабораторных работ. Студенты, у которых количество пропусков, превышает установленную норму, не выполнившие все виды работ и неудовлетворительно работавшие в течение семестра, проходят собеседование с преподавателем, который опрашивает студента на предмет выявления знания основных положений дисциплины.

Критерии оценки на экзамене:

оценка «отлично»: глубокие исчерпывающие знания всего программного материала, логически последовательные, полные, правильные и конкретные ответы на вопросы экзаменационного билета и дополнительные вопросы; использование в необходимой мере в ответах терминологии дисциплины, представленной в рекомендуемых учебных пособиях и дополнительной литературе;

оценка «хорошо»: твёрдые и достаточно полные знания всего программного

материала, последовательные, правильные, конкретные ответы на поставленные вопросы при свободном реагировании на замечания по отдельным вопросам;

оценка «удовлетворительно»: знание и понимание основных вопросов программы, наличие несущественных ошибок (не более 50%) при неспособности их самостоятельной корректировки;

оценка «неудовлетворительно»: непонимание сущности излагаемых вопросов, грубые существенные ошибки в ответе, неуверенные и неточные ответы на дополнительные вопросы экзаменатора.

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания докладов:

1. Оценка «зачтено» выставляется, если содержание доклада соответствует заявленной в названии тематике, студент хорошо ориентируется в теме, может правильно объяснить представленный материал, владеет терминологией; доклад имеет чёткую композицию и структуру, логически выстроен; представлен качественный анализ найденного материала; допустимы незначительные ошибки в интерпретации представленного материала, исправленные в ходе обсуждения (при ответах на вопросы).

2. Оценка «не зачтено» выставляется, если содержание доклада не соответствует заявленной в названии теме; доклад не имеет чёткой структуры; отсутствует логика в изложении представленного материала; не проведен его анализ, докладчик затрудняется ответить на вопросы при обсуждении.

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания лабораторных работ:

Оценка «зачтено» выставляется, если выполнены все задания лабораторной работы, студент знает основные теоретические и методические аспекты, необходимые для освоения материала в рамках выполняемой лабораторной работы, владеет методами расчета и обработки полученных данных, может правильно интерпретировать результаты, грамотно их представлять, способен правильно объяснить полученные данные и привести практические примеры. Допускаются незначительные ошибки, исправленные студентом в ходе защиты лабораторной работы.

Оценка «не зачтено» выставляется, если задания по лабораторной работе выполнены не полностью, студент не владеет теоретическими и методическими аспектами, необходимыми для освоения материала в рамках выполняемой лабораторной работы, не владеет методами расчета и обработки полученных данных, допускает грубые ошибки в интерпретации результатов, не способен правильно объяснить полученные данные и привести практические примеры.

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания собеседования:

- оценка «зачтено» выставляется, если студент четко излагает основной теоретический материал в рамках текущего раздела, владеет основной терминологией по теме собеседования, ориентируется в методах обеспечения качества и оценки соответствия, обоснованно и полно отвечает на вопросы изучаемого раздела, грамотно использует теоретический материал для изложения практических вопросов.

- оценка «не зачтено» выставляется, если студент демонстрирует отрывочные знания по теме собеседования, затрудняется привести примеры в рамках освоенного материала, не способен связать теоретический материал с практическими вопросами.

5. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля)

5.1. Основная литература

- 1 Сычев С.Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография: аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем [Текст]: учебное пособие / С.Н. Сычев, В. А. Гаврилина. – Санкт-Петербург [и др.]: Лань, 2013.– 255 с.
2. Сычев, С.Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография: аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем [Электронный ресурс]: учебное пособие / С.Н. Сычев, В.А. Гаврилина. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург: Лань, 2013. — 256 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/5108>. — Загл. с экрана.
3. Хроматография [Текст]: учебник / В. Ю. Конюхов. - Санкт-Петербург [и др.]: Лань, 2012. – 222 с.
- 4.Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза [Текст] / Ю. Беккер; пер. с нем. В. С. Куровой под ред. А. А. Курганова. – М.: Техносфера, 2009. – 470 с.
5. Бёккер, Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза/ Ю.Бёккер; пер. В.С. Курова. – Москва: РИЦ "Техносфера", 2009. – 472 с. – (Мир химии). – ISBN 978-5-94836-212-0; То же [Электронный ресурс]. – URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=89008>.

Для освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья имеются издания в электронном виде в электронно-библиотечных системах «Лань» и «Юрайт».

5.2. Дополнительная литература

1. Хенке, Х. Жидкостная хроматография / Х. Хенке; пер. Н.Е. Киреева. – Москва: РИЦ "Техносфера", 2009. – 264 с.;
То же [Электронный ресурс]. – URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=89412>.
2. Лебедев, А.Т. Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды / А.Т. Лебедев; пер. с англ. под ред. А.Т. Лебедева. – Москва: Техносфера, 2013. - 632 с.;
То же [Электронный ресурс]. –
URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=273789>.

5.3. Периодические издания

Журнал аналитической химии, Издательство «Наука», Россия

Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Издательство «Тест-зл», Россия

6. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины (модуля)

Успешное освоение дисциплины предполагает активное, творческое участие студента путем планомерной, повседневной работы.

По курсу предусмотрено проведение лекционных занятий, на которых дается основной систематизированный материал, и лабораторных занятий.

Важнейшим этапом освоения дисциплины является самостоятельная работа: самостоятельная проработка теоретического материала, подготовка к текущему контролю.

В освоении дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья большое значение имеет индивидуальная учебная работа (консультации) – дополнительное разъяснение учебного материала.

Индивидуальные консультации по предмету являются важным фактором,

способствующими индивидуализации обучения и установлению воспитательного контакта между преподавателем и обучающимся инвалидом или лицом с ограниченными возможностями здоровья.

Общие рекомендации

Изучение дисциплины следует начинать с проработки рабочей программы, особое внимание, уделяя целям и задачам, структуре и содержанию курса.

Работа с конспектом лекций

Просмотрите конспект сразу после занятий, отметьте материал конспекта лекций, который вызывает затруднения для понимания. Попытайтесь найти ответы на затруднительные вопросы, используя рекомендуемую литературу. Если самостоятельно не удалось разобраться в материале, сформулируйте вопросы и обратитесь за помощью к преподавателю на консультации или ближайшей лекции.

Регулярно отводите время для повторения пройденного материала, проверяя свои знания, умения и навыки по контрольным вопросам.

Выполнение лабораторных работ

На занятии получите у преподавателя график выполнения лабораторных работ. Обзаведитесь всем необходимым методическим обеспечением.

Перед посещением лаборатории изучите теорию вопроса, предполагаемого к исследованию, ознакомьтесь с руководством по соответствующей работе и подготовьте протокол проведения работы, в который занесите:

- название работы;
- заготовки таблиц для заполнения экспериментальными данными наблюдений;
- уравнения химических реакций превращений, которые будут осуществлены при выполнении эксперимента;
- расчетные формулы.

Оформление отчетов должно проводиться после окончания работы в лаборатории.

Для подготовки к защите отчета следует проанализировать экспериментальные результаты, сопоставить их с известными теоретическими положениями или справочными данными, обобщить результаты исследований в виде выводов по работе, подготовить ответы на вопросы, приводимые в методических указаниях к выполнению лабораторных работ.

Методические рекомендации преподавателям по методике проведения основных видов учебных занятий

Лекции

Методика чтения лекций

Лекции являются одним из основных методов обучения по дисциплине, которые должны решать следующие задачи:

- изложить важнейший материал программы курса, освещающий основные моменты;
- развить у студентов потребность к самостоятельной работе над учебной и научной литературой.

Главной задачей каждой лекции является раскрытие сущности темы и анализ ее главных положений. Рекомендуется на первой лекции довести до внимания студентов структуру курса и его разделы, а в дальнейшем указывать начало каждого раздела, суть и его задачи, а, закончив изложение, подводить итог по этому разделу, чтобы связать

его со следующим.

Содержание лекций

Содержание лекций определяется рабочей программой курса. Крайне желательно, чтобы каждая лекция охватывала и исчерпывала определенную тему курса и представляла собой логически вполне законченную работу. Лучше сократить тему, но не допускать перерыва ее в таком месте, когда основная идея еще полностью не раскрыта.

Лабораторные занятия

Методика проведения лабораторных занятий

Целями проведения лабораторных работ являются:

– установление связей теории с практикой в форме экспериментального подтверждения положений теории;

– обучение студентов умению анализировать полученные результаты;

– контроль самостоятельной работы студентов по освоению курса;

– обучение навыкам профессиональной деятельности.

Цели лабораторного практикума достигаются наилучшим образом в том случае, если выполнению эксперимента предшествует определенная подготовительная внеаудиторная работа. Поэтому преподаватель обязан довести до всех студентов график выполнения лабораторных работ с тем, чтобы они могли заниматься целенаправленной домашней подготовкой.

Перед началом очередного занятия преподаватель должен удостовериться в готовности студентов к выполнению лабораторной работы путем короткого собеседования и проверки наличия у студентов заготовленных протоколов проведения работы.

7. 7.1 Перечень информационно-коммуникационных технологий

Использование электронных презентаций при представлении докладов.

7.2 Перечень лицензионного и свободно распространяемого программного обеспечения

Лицензионные компьютерные программы обработки данных программно-аппаратных комплексов приборов: газовый хроматограф «Кристалл-2000М», газовый хроматограф GC 2010 “Shimadzu”, жидкостный хроматограф LC 2010 “Shimadzu”, газовый хромато-масс-спектрометр GCMS-QP 2010 Plus “Shimadzu” и др.; Microsoft Office Excel.

Компьютерные программы Microsoft Office для демонстрации и создания презентаций

7.3 Перечень современных профессиональных баз данных и информационных справочных систем

Портал химиков-аналитиков: аналитическая химия и метрология www.anchem.ru
www.scopus.com;

-организация «Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии», сайт: www.gost.ru; база нормативных документов;

- организация ВНИИКИ, сайт: www.standards.ru; база АИСД «Государственный реестр типов средств измерений, допущенных к обращению в РФ»;

- сайт: www.1gost.ru; база методик выполнения измерений

- российское образование, федеральный портал [Официальный сайт] — [URL: http://www.edu.ru](http://www.edu.ru)

8. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

№	Вид работ	Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля) и оснащенность
1.	Лекционные занятия	Лекционная аудитория 252С
2.	Лабораторные занятия	Лаборатории 252С, 242С, укомплектованная специализированной мебелью и аналитическим оборудованием: хроматограф газовый «Хром 5», хроматограф газовый «Хром 4»
3.	Курсовое проектирование	Не предусмотрено
4.	Групповые (индивидуальные) консультации	Аудитория 242С, 252С
5.	Текущий контроль, промежуточная аттестация	Аудитория 242С
6.	Самостоятельная работа	Самостоятельная работа студентов осуществляется в читальных залах библиотеки КубГУ, зале реферативных журналов, вычислительном центре КубГУ, Интернет-центре, а также других аудиториях факультета химии и высоких технологий с возможностью подключения к сети «Интернет» и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду организации.