



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ОП



(подпись) (А.А. Капустина)
« 11 » июля 2019 г.

«УТВЕРЖДАЮ»

Заведующая кафедрой общей,
органической и элементоорганической химии



(подпись) (А.А. Капустина)
« 11 » июля 2019 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
Хроматография
Направление подготовки 04.03.01 Химия
(Фундаментальная химия)
Форма подготовки очная

курс 4 семестр 8
лекции 36 час.
практические занятия час.
лабораторные работы 36 час.
в том числе с использованием МАО лек. /пр. /лаб. час.
всего часов аудиторной нагрузки 72 час.
в том числе с использованием МАО час.
самостоятельная работа 36 час.
в том числе на подготовку к экзамену час.
курсовая работа / курсовой проект не предусмотрены
контрольные работы не предусмотрены
зачет 8 семестр
экзамен не предусмотрен

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта по направлению подготовки 04.03.01 Химия, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ от 17 июля 2017 г. № 671. Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры органической химии, протокол № 742 (7/19) от 1 июля 2019 г

ВРИО заведующей кафедрой органической химии, д.х.н. Акимова Т.И.
Составитель: к.х.н., доцент кафедры органической химии Слабко О.Ю.

Владивосток
2019

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от « ____ » _____ 20__ г. № ____

Заведующий кафедрой _____

(подпись) (И.О. Фамилия)

II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от « ____ » _____ 20__ г. № ____

Заведующий кафедрой _____

(подпись) (И.О. Фамилия)

1. Цели и задачи освоения дисциплины:

Цель: формирование у студентов профессиональных научно-исследовательских навыков по использованию современных хроматографических методов для разделения и идентификации органических соединений.

Задачи:

- Формирование принципиальных основ, практических возможностей и ограничений важнейших для химиков хроматографических методов исследования;

- Ознакомление с аппаратным оснащением и условиями проведения эксперимента;

- Формирование знаний интерпретации и грамотной оценки хроматографических данных, в том числе публикуемых в научной литературе;

- Формирование оптимального выбора хроматографических методов для решения поставленных задач и заключения на основании анализа и сопоставления всей совокупности имеющихся данных.

Профессиональные компетенции выпускников и индикаторы их достижения:

Задача профессиональной деятельности	Объекты или область знания	Код и наименование профессиональной компетенции	Код и наименование индикатора достижения профессиональной компетенции	Основание (ПС, анализ иных требований, предъявляемых к выпускникам)
Тип задач профессиональной деятельности: <u>технологический</u>				
Контроль качества сырья и готовой продукции метрология, паспортизация и сертификации продукции; диагностика материалов и оборудования	Профессиональное оборудование	ПК-4 Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции	ПК-4-1. Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства ПК-4-2. Составляет протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме	ПС: 19.002 20.027 23.041 24.020 24.028 24.030 26.001 26.006 26.009 26.011 26.013 40.010 40.012 40.022 40.043 40.044 40.060

				40.085
				40.105
				40.133
				40.139

I. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Раздел I. Классификация хроматографических методов.

Адсорбционная молекулярная и распределительная хроматография (10 час).

Тема 1. Введение. История метода. Классификация хроматографических методов. Аналитические и препаративные аспекты хроматографии. Возможности и значение метода. Проблемная лекция (3 час).

Некоторые сведения из истории хроматографического метода. Физическая сущность хроматографии. Определение хроматографического метода. Классификация хроматографических методов: по агрегатному состоянию фаз, по природе элементарного акта, по способу относительного перемещения фаз, по способу аппаратного оформления. Аналитический и препаративный аспекты хроматографии. Возможности современных методов хроматографического разделения. Значение хроматографии.

Тема 2. Адсорбционная молекулярная хроматография. Лекция-беседа (4 час).

Физико-химическая сущность адсорбционной молекулярной хроматографии. Уравнение Лэнгмюра. Изотермы адсорбции и форма хроматографического пика.

Адсорбенты в адсорбционно-молекулярной хроматографии и требования, предъявляемые к ним. Оксид алюминия, силикагели, активированные угли, молекулярные сита (цеолиты). Поверхностно-пористые сорбенты (ППС). Органические адсорбенты (полиамиды, моно-, ди- и полисахариды, мочевины). Растворители в адсорбционно-молекулярной хроматографии и требования, предъявляемые к ним. Элюотропные ряды растворителей (ряды Рена, Траппе, Страйна). Градиентная хроматография. Аппаратура молекулярной адсорбционной хроматографии. Хроматографические колонки. Устройства для равномерной подачи элюента. Коллекторы фракций. Подготовка колонки к анализу, хроматографическое разделение и наблюдение за его ходом. Краткая характеристика способов контроля за хроматографическим разделением.

Хроматография в тонких слоях. Техника тонкослойной хроматографии. Механизмы хроматографического разделения в условиях тонкого слоя. Величина R_f и ее значение в тонкослойной хроматографии. Хроматографирование в незакрепленном слое. Аппаратура и приемы работы. Адсорбенты для тонкослойной хроматографии. Оксид алюминия, определение степени активности по Брокману. Силикагели: приготовление, сушка, активирование. Хроматографирование на закрепленном слое сорбента. Изготовление, активирование и хранение пластин с закрепленным слоем. Способы приготовления модифицированных слоев. Микропластинки в тонкослойной хроматографии, силуфол. Способы нанесения анализируемых веществ на пластинку. Микропипетки. Хроматографические камеры. Специальные методы работы в тонкослойной хроматографии: многократное хроматографирование, ступенчатый метод, двумерная хроматография. Таблицы Тома для многократного элюирования.

Адсорбируемость и строение органических соединений. Выбор условий для проведения хроматографического анализа. Элюотропный ряд по Шталю. Способы обнаружения веществ на хроматограммах. Реагенты общего назначения и специфические реагенты. Препаративное разделение смеси веществ в тонких слоях. Стандартизация условий в тонкослойной хроматографии. Количественный анализ в тонкослойной хроматографии.

Тема 3. Распределительная бумажная хроматография. Лекция-беседа (3 час).

Основы метода. Типы хроматографической бумаги. Аппаратура и приемы работы в хроматографии на бумаге. Варианты метода: восходящая хроматография, нисходящая, восходяще-нисходящая, горизонтальная, радиальная, круговая, электрофоретическая бумажная хроматография. Метод обращенной фазы в бумажной хроматографии. Подвижные фазы. Расшифровка хроматограмм и определение количественного состава смеси, разделенной на бумаге.

Раздел II. Газо-жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография (10 час).

Тема 1. Газо-жидкостная хроматография. Лекция-беседа (4 час).

Физико-химические процессы, лежащие в основе метода газо-жидкостной хроматографии. Блок-схема газо-жидкостного хроматографа. Хроматографические колонки: аналитические и препаративные, насадочные и капиллярные. Эффективность хроматографических колонок. Число "теоретических тарелок"; высота, эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ). Теория скоростей. Уравнение Ван-Деемтера. Основные факторы,

влияющие на эффективность хроматографической колонки: природа и количество неподвижной фазы, геометрия колонки, диаметр частиц инертного носителя, температура, линейная скорость газа-носителя. Требования, предъявляемые к инертному носителю и неподвижной фазе. Газ-носитель и требования, предъявляемые к нему.

Аппаратура для газо-жидкостной хроматографии. Термостаты. Измерители скорости потока и давления газа-носителя. Приспособления для ввода пробы: дозаторы, шприцы, делители потока. Детекторы и их рабочие характеристики. Интегральные и дифференциальные детекторы. Поточные и концентрационные детекторы. Отдельные типы детекторов: катарометр, пламенно-ионизационный, термоионный, электроно-захватный, пламенно-фотометрический, фотоионизационный, ионизационный гелиевый и ионизационный аргоновый детекторы. Конверсионные детекторы.

Неподвижные фазы в газо-жидкостной хроматографии. Факторы полярности неподвижных фаз. Таблицы полярности Роршнайдера и Мак-Рейнольдса. Селективность и эффективность разделения. Элюционные характеристики пиков, критерий и степень разделения. Параметры удерживания веществ. Индексы удерживания Ковача. Качественный и количественный анализ в газо-жидкостной хроматографии. Расчеты хроматограмм.

Тема 2. Высокоэффективная жидкостная хроматография.

Хроматография на оптически активных фазах. Лекция-беседа (3 час).

Инертные носители. Пористые и поверхностно-пористые носители. Принципы подбора подвижной и неподвижной фаз. Требования, предъявляемые к фазам в ВЭЖХ. Поверхностно-взаимодействующие неподвижные фазы ("щетки"). Нормальнофазное и обращенно-фазное хроматографирование. Уравнение Ван-Деемтера в высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Аппаратура для высокоэффективной жидкостной хроматографии. Блок-схема жидкостного хроматографа. Устройства для подготовки и подачи подвижной фазы. Насосы высокого и низкого давления. Устройства для ввода пробы. Колонки, термостаты, коллекторы фракций, устройства для создания противодавления, измерители потока. Детекторы в жидкостной хроматографии. Основные типы детекторов: спектрофотометрический, дифференциальный рефрактометр, полярографический, флюориметр, детектор электропроводности, микроадсорбционный. Транспортные детекторы.

Прямое разделение энантиомеров хроматографией на хиральных неподвижных фазах. Степень хирального распознавания. Природные и синтетические оптически активные неподвижные фазы. Детектирование оптически активных соединений, поляриметр.

Тема 3. Препаративный аспект ГЖХ и ВЭЖХ. Лекция-беседа (3 час).

Препаративный аспект высокоэффективной жидкостной хроматографии. Планирование разделения. Выбор цели разделения и оптимизация параметров процесса. Нагрузка препаративной колонки. Техника рецикла. Фронтальное вытеснение. Хроматография в псевдодвижущихся слоях, хроматография в противоточных системах.

Раздел III. Прочие хроматографические методы (8 час).

Тема 1. Ионообменная хроматография. (2 час).

Теория ионного обмена. Структура ионитов. Иониты: катиониты, аниониты, амфолиты. Классификация ионитов: сильные, слабые, иониты смешанного типа. Обменная емкость ионитов. Селективность ионного обмена. Константа ионного обмена, коэффициент распределения, коэффициент разделения. Методы ионообменной хроматографии. Подготовка ионитов. Использование комплексообразователей.

Тема 2. Гель-хроматография. Лекция-беседа (2 час).

Принцип гель-хроматографии. Объемные соотношения в слое геля. Мягкие, полужесткие и жесткие гели. Требования к растворителям в гель-хроматографии. Калибровочные кривые гель-процесса: исключение, селективное проникание, полное проникание. Максимальная пиковая емкость гель-процесса.

Тема 3. Афинная хроматография и прочие хроматографические методы. Лекция-беседа (4 час).

Краткая характеристика газовой, афинной, лигандообменной афинной, гидрофобной, ковалентной и осадочной хроматографий. Хроматография при сверхкритических состояниях подвижной фазы. Гидродинамическая хроматография.

Раздел IV. Прикладные хроматографические методы (8 час)

Тема 1. Хроматографические методы анализа окружающей среды. Лекция-беседа (2 час).

Объекты окружающей среды и их основные загрязнения. Способы концентрирования анализируемых объектов (абсорбция, криогенные методы концентрирования, твердофазная экстракция). Равновесное концентрирование объектов. Десорбция примесей из сорбента. Токсичные

вещества воздуха, определяемые методом газовой хроматографии (оксиды углерода, галогены и их производные, соединения азота, серы и фосфора, низкокипящие углеводороды, ароматические углеводороды, полиароматические углеводороды - ПАУ, фреоны, галогенуглеводороды и др.). Сравнительный анализ хроматографических и иных (спектральных, электрохимических) методов анализа по чувствительности, воспроизводимости, экспрессивности и другим критериям в анализе загрязнений окружающей среды.

Тема 2. Хроматографические методы, основанные на анализе равновесного пара. Реакционная газовая хроматография. (2 час).

Основные принципы АРП и родственных методов. Количественные определения в методе АРП (методы "абсолютной калибровки" и "внутреннего стандарта"). Многократная газовая экстракция. Динамические варианты метода АРП. Непрерывная газовая экстракция. АРП с использованием летучих растворителей. Способы повышения чувствительности парофазового анализа.

Хроматографические методы в анализе высокомолекулярных соединений. Реакторы, конверторы, общие принципы детектирования.

Тема 3. Хромато-масс-спектрометрия. Анализ нефтепродуктов хроматографическими методами (2 час).

Концепция "характеризующих детекторов" (ГХ/МС, ГХ/ИКФС и ГХ/АЭС). Блок-схема хроматографа с детектором масс. Различные типы детекторов масс ("ионная ловушка", масс-селективный детектор). Методы проведения анализа (сканирование, селективный ионный мониторинг - SIM). Методы пробоподготовки при ГХ/МС анализе. Примеры отдельных методик.

Геохимия: типизация нефтей с помощью ГЖХ. Обнаружение месторождений по содержанию простейших ароматических соединений в пластовых водах. Определение качественных показателей нефтепродуктов (октановые и цетановые числа, фракционный состав, упругость паров и др.) с помощью "имитированной хромадистилляции". Контроль загрязнения окружающей среды нефтепродуктами. Определение конкретных виновников загрязнения. Анализ газов, растворенных в трансформаторных маслах.

Тема 4. Хроматографические методы в клинической токсикологии и медицинской диагностике. Различные аспекты использования хроматографических методов в промышленности (2 час).

Методы обнаружения этилового спирта в крови. Отравления метиловым спиртом и спиртами сивушных масел. Отравления фосфорорганическими инсектицидами. Отравления лакокрасочными материалами. Острые

медикаментозные отравления. Терапевтические, токсические и летальные концентрации некоторых лекарственных средств и иных химических соединений. Фармакинетические методы в клинической токсикологии. Определение содержания карбоксигемоглобина в крови. Концепция метаболических изменений. Органические летучие вещества при различных заболеваниях (диабет, респираторные инфекции, почечная недостаточность и др.). Метод АРП в микробиологии и медицинской диагностике. Жидкостная хроматография нуклеиновых кислот и липополисахаридов. Жидкостная хроматография микроорганизмов.

II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА И САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

Практические занятия (36 час.)

Занятие 1. (лабораторная работа). Радиальная бумажная хроматография (разделение аминокислот) и некоторые специальные приемы в аналитической тонкослойной хроматографии (многократная, ступенчатая, двумерная ТСХ на сорбфиле) (6 час.).

Занятие 2. (лабораторная работа). Колоночная хроматография (разделение и идентификация смеси азобензола и о-нитроанилина) (6 час).

Занятие 3. (лабораторная работа). Препаративная тонкослойная хроматография (подбор условий, разделение смеси и идентификация о- и п-нитроанилинов) (6 час).

Занятие 4. (лабораторная работа). Определение качественного и количественного состава смеси углеводов методом газо-жидкостной хроматографии (6 час).

Занятие 5. (лабораторная работа). Определение качественного и количественного состава смеси углеводов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ - метод внутреннего стандарта). Экскурсия в лабораторию молекулярного анализа (6 час).

Занятие 6. Обсуждение проблем хроматографии и сдача отчетов (6 час).

III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ.

План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной	Примерные нормы времени	Форма контроля
--------------	------------------------------	----------------------------	--------------------------------	-----------------------

		работы	на выполнение	
1.	22.02-.11.03.22	Подготовка к практическому занятию №1	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
2.	14.03-01.04.22	Подготовка к практическому занятию №2	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
3.	04.04.-15.04.22	Подготовка к практическому занятию №3	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
4.	18.04.-29.04.22	Подготовка к практическому занятию №4	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
5.	02.05-13.05.22	Подготовка к практическому занятию №5	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
6.	16.05.-27.05.22	Подготовка к практическому занятию №6, итоговому тестированию	6 час.	Написание и защита итогового тестирования

Задание на дом к практическим занятиям № 1-5

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к практическим занятиям и подготовиться к выполнению лабораторных работ, написанию и защите отчета по лабораторной работе.

Задание на дом к практическому занятию № 6

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, подготовиться к написанию и защите результатов итогового тестирования.

Вопросы для самоконтроля

1. В чем сущность хроматографического процесса?

2. Каково назначение подвижной и неподвижной фаз?
3. Какие процессы происходят в колонке?
4. Как классифицируют методы хроматографии по агрегатному состоянию фаз и по способу хроматографирования?
5. В чем состоит проявительный (элюентный) анализ?
6. В чем преимущество элюентной хроматографии перед фронтальной и вытеснительной?
7. Как классифицируют методы хроматографии по технике проведения эксперимента и цели?
8. В чем сущность хроматографического разделения по методу: а) газожидкостной хроматографии; б) распределительной жидкостной хроматографии; в) осадочной хроматографии; г) тонкослойной хроматографии; д) ионообменной хроматографии; е) эксклюзионной хроматографии?
9. Как влияет температура на хроматографический процесс?
10. В чем сущность метода ионообменной хроматографии?
11. Как подготовить ионообменную смолу к работе?
12. Какие функциональные группы обеспечивают обменные свойства различных синтетических ионообменных смол? Какие типы катионитов и анионитов Вам известны?
13. Что такое «обменная емкость» ионита, в каких единицах измеряется?
14. Как определяют: а) статическую обменную емкость ионита; б) динамическую обменную емкость ионита?
15. Зависит ли селективность ионообменника от его емкости?
16. Как провести деионизацию воды с помощью ионообменников? Напишите уравнения реакций.
17. Каковы области применения, достоинства и недостатки ионообменной хроматографии?
18. Каковы преимущества двумерной хроматографии перед одномерной бумажной или ТСХ?
19. Как идентифицировать пятна органических соединений в методе ТСХ?
20. Как выполняют количественный анализ в методе ТСХ?
21. Как определяют R_f в методе БХ и ТСХ? От чего зависит величина R_f и какие условия нужно поддерживать постоянными при проведении эксперимента?
22. Как можно определить концентрации компонентов смеси после разделения методом БХ или ТСХ?

23. Как выполняется качественный анализ с помощью плоскостных вариантов хроматографии – БХ и ТСХ?
24. Какими способами проба анализируемой смеси веществ вводится в хроматографическую установку в бумажной хроматографии?
25. Почему в методе ТСХ необходимо герметически закрывать камеру с растворителем и пластинкой во время подъема фронта растворителя?
26. Как обнаруживают и идентифицируют компоненты на бумажных и тонкослойных хроматограммах?
27. Каковы области применения, достоинства и недостатки тонкослойной хроматографии?
28. Какова роль подвижной фазы в газовой хроматографии?
29. Какими способами проба анализируемой смеси веществ вводится в хроматографическую установку в газовой хроматографии?
30. Какое практическое значение имеет газовая хроматография?
31. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов адсорбционной хроматографии?
32. Какие требования предъявляются к адсорбентам и растворителям? Какие устройства используют в качестве дозаторов?
33. Какие требования предъявляются к жидкой фазе в газожидкостной хроматографии? Какие вещества используют в качестве жидкой фазы? В качестве твердого носителя?
34. В каком хроматографическом методе основной фактор, определяющий удерживание компонента – растворение в неподвижной фазе?
35. Назовите три способа детектирования в газовой хроматографии.
36. Какова роль основных узлов в газовом хроматографе?
37. Что является наиболее важной причиной размывания хроматографического пика?
38. Какая из теорий хроматографии дает основу для оптимизации хроматографического процесса?
39. Нарисуйте зависимость ВЭТТ от скорости потока подвижной фазы в газовой хроматографии?
40. В чем состоит метод теоретических тарелок в хроматографии?
41. Какие основные величины входят в уравнение Ван-Деемтера?
42. Почему в хроматографическую колонку вводят обычно малые количества определяемых соединений?
43. Какие величины характеризуют эффективность хроматографической колонки? Как ее повысить?
44. Какие числовые значения может принимать величина N ? Какое

теоретически минимальное значение?

45. Как влияет скорость потока на эффективность хроматографической колонки?

46. Какие хроматографические условия надо менять, чтобы уменьшить вклад в величину N в уравнении Ван-Деемтера?

47. Что такое: а) общее время удерживания; б) приведенное (исправленное) время удерживания; в) общий удерживаемый объем; г) приведенный (исправленный) удерживаемый объем?

48. В чем сущность качественного хроматографического анализа по величине удерживаемого объема?

49. Почему предпочитают использовать исправленный удерживаемый объем, а не объем удерживания?

50. Какие хроматографические параметры можно использовать для идентификации компонентов смеси?

51. Почему идентификацию компонентов не рекомендуется вести по абсолютным временам удерживания?

52. Какие другие способы идентификации компонентов применяют в хроматографическом анализе?

53. Можно ли сделать вывод о природе веществ на основании хроматографических данных?

54. Как зависит время (объем) удерживания от растворимости соединения в подвижной фазе?

55. Что такое относительный удерживаемый объем и относительное время удерживания?

56. В чем сущность основных методов количественной хроматографии: а) нормировки с поправочными коэффициентами; б) абсолютной калибровки; в) внутреннего стандарта?

57. Укажите возможности и ограничения различных количественных методов хроматографического анализа.

58. Как можно измерить площадь пика на хроматограмме? Какой зависимостью связана площадь пика с концентрацией вещества?

59. Почему способ абсолютной калибровки сравнительно редко применяют в хроматографических лабораториях?

60. Как повысить точность определения компонента по методу нормировки?

61. Какие параметры хроматографического пика используют для количественного анализа?

62. В каких случаях в количественном хроматографическом анализе

измеряют высоту пика? площадь пика?

63. Какова роль подвижной фазы в жидкостной хроматографии?

64. Какими способами проба анализируемой смеси веществ вводится в хроматографическую установку в жидкостной хроматографии?

65. Какова роль основных узлов в жидкостном хроматографе высокого давления? Что общего и каковы принципиальные отличия от газового хроматографа?

66. Назовите три способа детектирования в жидкостной хроматографии.

67. Почему в жидкостной хроматографии предпочитают подвижные фазы с низкой вязкостью?

68. Какие варианты используются в жидкостно-жидкостной распределительной хроматографии?

69. Каковы особенности эксклюзионной хроматографии?

70. Как изменяется время (объем) удерживания молекул в эксклюзионной хроматографии с увеличением их размера?

71. Чем отличаются нормально- и обращенно-фазовый варианты ВЭЖХ?

Структура отчета по лабораторной работе

Отчеты по лабораторным работам представляются в электронной форме, подготовленные как текстовые документы в редакторе MSWord.

Отчет по работе должен быть обобщающим документом, включать всю информацию по выполнению заданий, в том числе, уравнения реакций, таблицы, методику проведения лабораторных опытов, список литературы, расчеты и т. д.

Структурно отчет по лабораторной работе, как текстовый документ, комплектуется по следующей схеме:

- *Титульный лист* – обязательная компонента отчета, первая страница отчета, по принятой для лабораторных работ форме (титульный лист отчета должен размещаться в общем файле, где представлен текст отчета);

- *Исходные данные к выполнению заданий* – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержат указание варианта, темы и т.д.);

- *Основная часть* – материалы выполнения заданий, разбивается по рубрикам, соответствующих заданиям работы, с иерархической структурой: пункты – подпункты и т. д.

Рекомендуется в основной части отчета заголовки рубрик (подрубрик) давать исходя из формулировок заданий, в форме отглагольных существительных;

- *Выводы* – обязательная компонента отчета, содержит обобщающие выводы по работе (какие задачи решены, оценка результатов, что освоено

при выполнении работы);

- *Список литературы* – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержит список источников, использованных при выполнении работы, включая электронные источники (список нумерованный, в соответствии с правилами описания библиографии).

Оформление отчета по лабораторной работе

Отчет по лабораторной работе относится к категории «*письменная работа*», оформляется *по правилам оформления письменных работ студентами ДВФУ.*

Необходимо обратить внимание на следующие аспекты в оформлении отчетов работ:

- набор текста;
- структурирование работы;
- оформление заголовков всех видов (рубрик-подрубрик-пунктов-подпунктов, рисунков, таблиц, приложений);
- оформление перечислений (списков с нумерацией или маркировкой);
- оформление таблиц;
- оформление иллюстраций (графики, рисунки, фотографии, схемы);
- набор и оформление математических выражений (формул);
- оформление списков литературы (библиографических описаний) и ссылок на источники, цитирования.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210 на 297 мм.);
- интервал межстрочный – полуторный;
- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта - 14 пт., в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт.);
- выравнивание текста – «по ширине»;
- поля страницы - левое – 25-30 мм., правое – 10 мм., верхнее и нижнее – 20 мм.;
- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).
- режим автоматического переноса слов, за исключением

тительного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять.

Список литературы и все *приложения* включаются в общую сквозную нумерацию страниц работы.

ОБРАЗЕЦ ОФОРМЛЕНИЯ ОТЧЕТА В РАБОЧЕМ ЖУРНАЛЕ

_____ (подпись преподавателя о допуске к работе)

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № _____

Тема:

Цель работы:

Работа начата: Окончена:

План работы:

1. Материалы, посуда и оборудование.
2. Этапы выполняемой работы.
3. Рисунки и обозначения.
4. Результаты работы в виде графиков и расчетных таблиц.
5. Техника безопасности.
6. Выводы.

Подпись преподавателя:

Способы выражения концентрации

Основная задача химического анализа – определение количества вещества. За единицу количества вещества принят моль. × 1 моль вещества содержит $6,02 \times 10^{23}$ условных частиц (например, атомов).

В количественном анализе используется и дольная единица – миллимоль (моль), $1 \text{ моль} = 10^{-3} \text{ моль}$.

Концентрация раствора (с) – это отношение количества растворенного вещества (А) к объему раствора (V). Другими словами, с(А) показывает количество вещества в единице объема раствора.

В системе СИ основной единицей выражения концентрации растворов является молярная концентрации (моль/м³), на практике – моль/дм³, допускается моль/л.

Молярная концентрация $c(A)$, c_m – это количество моль вещества A , содержащегося в 1 л раствора: $c_m = m \times 1000 / M \times V$, где m – масса вещества, г; M – относительная молекулярная (молярная) масса вещества, г/моль; V – объем раствора, мл.

При этом используют следующие формы записи: например, 0,1 М HCl, или $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/л = 0,1 ммоль/мл.

Молярная концентрация эквивалента c_n – это количество моль эквивалентов вещества, находящихся в 1 л раствора.

При этом применяют такие формы записи: например, 0,1 н H₂SO₄, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль экв/л = 0,1 мэкв/мл; $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/л, где 1/2 – фактор эквивалентности (f). Если $f=1$, то предпочтительнее использовать термин «молярная» концентрация.

Эквивалентом называется такая часть атома, иона или молекулы, которая химически равноценна (эквивалентна) одному иону водорода в данной кислотно-основной реакции или одному электрону в данной окислительно-восстановительной реакции. Единицей количества эквивалента вещества является моль.

Фактор эквивалентности (f) – это число, показывающее, какая часть моля вещества равноценна одному иону водорода в данной кислотно-основной реакции или одному электрону в данной окислительно-восстановительной реакции.

Фактор эквивалентности может быть равен 1 или меньше 1, например, $f(\text{NH}_4\text{OH})=1$; $f(\text{H}_2\text{SO}_4)=1/2$; $f(\text{KMnO}_4)=1/5$ и т. д.

Для нахождения фактора эквивалентности вещества обязательно надо указывать реакцию, в которой данное вещество участвует. В реакциях кислотно-основного взаимодействия фактор эквивалентности равен $f=1/[\text{H}^+]$, где $[\text{H}^+]$ – число ионов водорода, отдаваемое или присоединяемое одной молекулой или одним ионом.

Для нахождения f в окислительно-восстановительной реакции составляют полуреакции и вычисляют его значение по формуле $f=1/z$, где z – число электронов, отдаваемое или присоединяемое одной молекулой или одним ионом в данной полуреакции.

Например, в полуреакции $2 \text{I} + 2\text{e} \rightleftharpoons 2\text{I}^-$ - $f(\text{I}_2) = 1/2$, а $f(\text{I}^-) = 1$.

Молярной массой эквивалента вещества (M_3) называют массу одного моля эквивалента этого вещества, равную произведению фактора эквивалентности на молярную массу вещества (M). Например:

$$M_3(\text{H}_2\text{SO}_4) = f(\text{H}_2\text{SO}_4) \times M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/2 \times 98 = 49 \text{ г/моль-экв};$$

$M_3(\text{H}_2\text{SO}_4)$ – молярная масса эквивалента серной кислоты.

Молярная концентрация эквивалента вычисляется по формуле

$$C_H = \frac{m \cdot 1000}{M_3 \cdot V}$$

Взаимосвязь между молярной концентрацией и молярной концентрацией эквивалента отражена в следующей формуле

$$C_M = f \cdot C_H.$$

Массовая концентрация – это отношение массы растворенного вещества к объему раствора.

Численное значение этой концентрации выражается в г/л, мг/мл, г/мл. В титриметрическом анализе применяют единицу измерения массовой концентрации в г/мл. Это **титр** раствора, T . Например, $T(\text{HNO}_3) = 0,01232$ г/мл:

$$T = m/V$$

Титр рабочего раствора по определяемому веществу, $T(\text{B/A})$, г/мл – это отношение массы $m(\text{A})$ определяемого вещества к эквивалентному объему $V(\text{B})$ рабочего раствора:

$$T(\text{B/A}) = m(\text{A})/V(\text{B})$$

Другими словами, $T(\text{B/A})$ показывает, какая масса анализируемого вещества (A) реагирует с 1 мл рабочего раствора вещества (B).

Зная $T(\text{B/A})$ и объем (мл) рабочего раствора (B), затраченного на титрование, можно рассчитать массу (г) определяемого вещества:

$$m(\text{A}) = T(\text{B/A}) \cdot V(\text{B})$$

Например, $m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = T(\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3) \times V(\text{HCl})$. Кроме того, $T(\text{B/A}) = c_H(\text{B}) \times M_3(\text{A})/1000$

Массовая доля $w(\text{A})$ вещества A – это отношение массы $m(\text{A})$ вещества A к общей массе $m_{\text{общ}}$ раствора или смеси веществ:

$$w(\text{A}) = m(\text{A}) / m_{\text{общ}}$$

В количественном анализе массовую долю измеряют в процентах. Она характеризует содержание компонента в твердом веществе или растворе:

$$w(\text{A}) = [m(\text{A}) / m_{\text{общ}}] \times 100(\%)$$

При этом возможны, например, следующие варианты употребления терминов: реактив чистотой 98 % (по массе); соль, содержащая по массе 3,1 % примесей, минерал с массовой долей SiO_2 8,4 %, $w(\text{SiO}_2)=8,4\%$; раствор плотностью $1,28 \text{ г/см}^3$ с массовой долей H_2SO_4 37 % или $w(\text{H}_2\text{SO}_4)=37\%$. Это означает, что 37 г серной кислоты содержится в 100 г раствора, плотность которого равна $1,28 \text{ г/см}^3$.

В справочных таблицах приведены для растворов кислот, оснований и некоторых солей соответствующие значения плотностей этих растворов (ρ в г/см^3) и массовые доли (w %) веществ. Используя эти величины, можно рассчитать молярную концентрацию эквивалента или массовую концентрацию вещества в растворе.

Пример 1. В 45,0 мл воды растворили 5,0 г КОН. Вычислить массовую долю растворенного компонента.

Решение: воспользуемся приведенной выше формулой:

$$w = 5 \times 100 / (5 + 45) = 10 \%$$

Масса полученного раствора равна 50,0 г, т. к. плотность воды при комнатной температуре равна $1,0 \text{ г/см}^3$.

Взаимосвязь между молярной концентрацией, молярной концентрацией эквивалента и массовой долей растворенного компонента и титром приводится в формулах, приведенных в таблице.

Таблица

Формулы пересчета концентраций растворов

Определяемая концентрация	Исходная концентрация			
	ω	C_M	C_N	T
Процентная $\omega, \%$	$\frac{m_{\text{вещ.}}}{m_{\text{р-ра}}} \cdot 100\%$	$\frac{C_M \cdot M}{10 \cdot \rho}$	$\frac{C_N \cdot M \cdot f}{10 \cdot \rho}$	$\frac{T \cdot 1000}{\rho}$
Молярная $C_M, \text{ моль/л}$	$\frac{\omega \cdot 10 \cdot \rho}{M}$	моль/л	$C_N \cdot f$	$\frac{T \cdot 1000}{M}$
Нормальная $C_N, \text{ моль экв/л}$	$\frac{\omega \cdot 10 \cdot \rho}{M \cdot f_{\text{экв}}}$	$\frac{C_M}{f_{\text{экв}}}$	моль экв/л	$\frac{T \cdot 1000}{M \cdot f_{\text{экв}}}$
Титр $T, \text{ г/мл}$	$\frac{\omega \cdot \rho}{100}$	$\frac{C_M \cdot M}{1000}$	$\frac{C_N \cdot M \cdot f}{1000}$	г/мл
Примечание	ρ – плотность раствора, г/см^3 ; $f_{\text{экв}}$ – фактор эквивалентности; M – молярная масса вещества, г/моль ; m – масса, г			

При переходе от массовой доли растворенного компонента к молярной или молярной концентрации эквивалента необходимо учитывать плотность раствора. Между массой вещества (m), его плотностью (ρ) и объемом (V) существует следующее соотношение: $\rho = m/V$.

В справочных таблицах для растворов кислот, оснований и некоторых солей приведены массовые доли веществ ($w, \%$) и соответствующие значения плотностей этих растворов ($\rho, \text{ г/см}^3$). Используя эти величины, можно

рассчитать молярную, молярную концентрацию эквивалента или массовую концентрацию раствора.

Методические рекомендации по организации самостоятельной работы студентов.

Самостоятельная работа по дисциплине «Хроматография» проводится с целью углубления и закрепления полученных в ходе лекционных занятий знаний и приобретение навыков пользования рекомендованной литературой, навыков научного исследования.

1. Рекомендации по использованию материалов рабочей программы.

Рабочая программа знакомит студентов с предметом, целями, задачами курса «Хроматография».

В рабочей программе приведены содержание учебной дисциплины, тематический план, планы практических (лабораторных) занятий, указана необходимая литература.

В методическом разделе в соответствии с учебной программой сформулированы основные вопросы практических занятий, научная и методическая литература, даны методики выполнения лабораторных работ и указания по их выполнению.

2. Рекомендации по работе с учебной и научной литературой.

При подготовке к практическим занятиям следует использовать в основном учебники и учебные пособия из приведённого списка литературы.

Следует четко знать определения, дополнять каждый теоретический вопрос соответствующими примерами.

3. Рекомендации по подготовке к практическим занятиям и зачету.

Самостоятельное изучение дисциплины целесообразно начинать, ознакомившись с программой дисциплины и требованиями к знаниям и умениям по данной дисциплине. Далее можно переходить к его поэтапному изучению, привлекая для этого материалы лекций и рекомендованную учебную литературу.

Изучая дисциплину, необходимо добиться овладения ее основами и научиться применять теоретические знания для решения практических задач. Содержание незнакомых терминов, встретившихся в процессе освоения учебного материала, можно выяснить при помощи справочной литературы или у преподавателя.

Следует четко знать определения, принципы, дополнять каждый теоретический вопрос соответствующими примерами и графиками.

Критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

Оценивание подготовки к практическим занятиям проводится по критериям:

- Знание терминологии хроматографических методов;
- Полнота и качество выполненных заданий;
- Правильность оформления отчетов по лабораторным работам;
- Теоретическое обоснование полученного результата;
- Отсутствие фактических ошибок, связанных с пониманием темы.

IV. КОНТРОЛЬ ДОСТИЖЕНИЯ ЦЕЛЕЙ КУРСА

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1.	Раздел I. Классификация хроматографических методов. Адсорбционная молекулярная и распределительная хроматография. Тема 1. Введение. История метода. Классификация хроматографических методов. Аналитические и препаративные аспекты хроматографии. Возможности и значение метода. Тема 2. Адсорбционная молекулярная хроматография. Тема 3. Распределительная бумажная хроматография.	Б-ПК-2-г	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №1-3. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №1-3 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 1-3.(ПР-6). Групповая дискуссия (УО-4).	Вопросы к зачету №№ 1-14
2.	Раздел II. Газо-жидкостная и высокоэффективная жидкостная	Б-ПК-2-г	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5	Вопросы к зачету №№ 15-30

<p>хроматография. Тема 1. Газо-жидкостная хроматография. Тема 2. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Хроматография на оптически активных фазах. Тема 3. Препаративный аспект ГЖХ и ВЭЖХ. Раздел III. Прочие хроматографические методы. Тема 1. Ионобменная хроматография. Тема 2. Гель-хроматография. Тема 3. Аффинная хроматография и прочие хроматографические методы.</p>			(ПР-6). Собеседование (УО-1).	
	Умеет		Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31-41
	Владеет		Анализ лабораторных работ № 4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 42-53

3.	<p>Раздел IV. Прикладные хроматографические методы. Тема 1. Хроматографические методы анализа окружающей среды. Тема 2. Хроматографические методы, основанные на анализе равновесного пара. Реакционная газовая хроматография. Тема 3. Хромато-масс-спектрометрия. Анализ нефтепродуктов хроматографическими методами. Тема 4. Хроматографические методы в клинической токсикологии и медицинской диагностике. Различные аспекты использования хроматографических методов в</p>	Б-ПК-2-г	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 15-30
----	--	----------	-------	--	---------------------------

промышленности	Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31-41
	Владеет	Анализ лабораторных работ № 4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 42-53

V. СПИСОК УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература:

1. Долгоносов А.М., Рудаков А.Б., Прудковский А.Г. Колоночная аналитическая хроматография: практика, теория, моделирование. Учебное пособие для ВПО. . СПб: Лань, 2015.- 468с. Локальная сеть ДВФУ: БД Лань. Доступно по адресу:

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=63592

2. Конюхов В.Ю. Хроматография. Учебник для ВПО. СПб: Лань, 2012.- 224с. Локальная сеть ДВФУ: БД Лань. Доступно по адресу:

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=4044

3. Сычев С.Н., Гаврилина Н.А. Высокоэффективная жидкостная хроматография: аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем. Учебное пособие для ВПО. . СПб: Лань, 2013.- 256с. Локальная сеть ДВФУ: БД Лань. Доступно по адресу:

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=5108

4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн., Кн. 2. Физико-химические методы анализа. Учебник для ВУЗов/ В.П. Васильев: М.: Дрофа, 2009. 384с. Доступно по адресу:

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:294952&theme=FEFU>

5. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа : учебное пособие для вузов по химическим специальностям / А. И. Жебентяев. Минск : Новое знание Москва : Инфра-М , 2013.-205с. Доступно по адресу: <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:703167&theme=FEFU>

6. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа : учебник для вузов / Ю. Я. Харитонов, Москва : ГЭОТАР-Медиа , 2014.-654 с. Доступно по адресу: <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:736559&theme=FEFU>

Дополнительная литература

1. Гишон Ж., Гийемен К. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля. - М., Мир, 1991.-580с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:31016&theme=FEFU>

2.Хроматография в тонких слоях /Пер. с нем. под ред. Э. Шталя/. - М., Мир, 1982.-381с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:127731&theme=FEFU>

3.Другов Ю.С., Беликов А.Б., Дьякова Г.А., Тульчинский В.М. Методы анализа загрязнений воздуха. - М., Химия, 1984.-384с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:135857&theme=FEFU>

4.Орлов В.И., Аратсков А.А. Жидкостная хроматография. Теоретические основы.-СИНТЕКО, Дзержинск, 1997 (электронный вариант).-42с.

Доступно по адресу: <http://anchem.ru/chromos/liqch.pdf>

VI. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

**Рекомендации по планированию и организации времени,
отведенного на изучение дисциплины**

Время, отведённое на самостоятельную работу, должно быть использовано обучающимся планомерно в течение семестра.

Планирование – важнейшая черта человеческой деятельности. Для организации учебной деятельности эффективным вариантом является использование средств, напоминающих о стоящих перед вами задачах, и их последовательности выполнения. В роли таких средств могут быть ИТ-технологии (смартфоны, планшеты, компьютеры и т.п.), имеющие приложения/программы по организации распорядка дня/месяца/года и сигнализирующих о важных событиях, например, о выполнении заданий по дисциплине «Хроматография».

Регулярность – первое условие поисков более эффективных способов работы. Рекомендуется выбрать день/дни недели для регулярной подготовки по дисциплине «Хроматография», это позволит морально настроиться на выполнение поставленных задач, подготовиться к ним и выработать правила выполнения для них, например, сначала проработка материала лекций, чтение первоисточников, затем выделение и фиксирование основных идей. Рекомендованное среднее время два часа на одно занятие.

Описание последовательности действий, обучающихся при изучении дисциплины

В соответствии с целями и задачами дисциплины студент изучает на занятиях и дома разделы лекционного курса, готовится к практическим занятиям, проходит контрольные точки текущей аттестации, включающие разные формы проверки усвоения материала (собеседование, тестирование и др.).

Освоение дисциплины включает несколько составных элементов учебной деятельности:

1. Внимательное чтение рабочей программы учебной дисциплины (помогает целостно увидеть структуру изучаемых вопросов). В ней содержится перечень контрольных испытаний для всех разделов и тем, включая экзамен; указаны сроки сдачи заданий, предусмотренных учебной программой курса дисциплины «Хроматография».

2. Неотъемлемой составной частью освоения курса является посещение лекций и их конспектирование. Глубокому освоению лекционного материала способствует предварительная подготовка, включающая чтение предыдущей лекции, работу с учебниками.

3. Регулярная подготовка к практическим занятиям и активная работа на них, включающая:

- повторение материала лекции по теме;
- знакомство с планом занятия и списком основной и дополнительной литературы, с рекомендациями по подготовке к занятию;
- изучение научных сведений по данной теме в разных учебных пособиях;
- чтение первоисточников и предлагаемой дополнительной литературы;
- посещение консультаций с целью выяснения возникших сложных вопросов при подготовке к практическим занятиям.

4. Подготовка к зачету (в течение семестра), повторение материала всего курса дисциплины.

Рекомендации по работе с литературой

Изучение дисциплины следует начинать с проработки тематического плана лекций, уделяя особое внимание структуре и содержанию темы и основных понятий. Изучение «сложных» тем следует начинать с составления логической схемы основных понятий, категорий, связей между ними. Целесообразно прибегнуть к классификации материала, в частности при изучении тем, в которых присутствует большое количество незнакомых понятий, категорий, теорий, концепций, либо насыщенных информацией типологического характера.

При работе с литературой обязательно выписывать все выходные данные по каждому источнику. Можно выписывать кратко основные идеи автора и иногда приводить наиболее яркие и показательные цитаты (с указанием страниц). Ищите аргументы «за» или «против» идеи автора.

Чтение научного текста является частью познавательной деятельности. Ее цель – извлечение из текста необходимой информации. От того на сколько осознанна читающим собственная внутренняя установка (найти нужные сведения, усвоить информацию полностью или частично, критически проанализировать материал и т.п.) во многом зависит эффективность осуществляемого действия.

Используйте основные установки при чтении научного текста:

1. информационно-поисковая (задача – найти, выделить искомую информацию);

2. усваивающая (усилия читателя направлены на то, чтобы как можно полнее осознать и запомнить как сами сведения излагаемые автором, так и всю логику его рассуждений);

3. аналитико-критическая (читатель стремится критически осмыслить материал, проанализировав его, определив свое отношение к нему);

4. творческая (создает у читателя готовность в том или ином виде – как отправной пункт для своих рассуждений, как образ для действия по аналогии и т.п. – использовать суждения автора, ход его мыслей, результат наблюдения, разработанную методику, дополнить их, подвергнуть новой проверке).

Для работы с научными текстами применяйте следующие виды чтения:

1. библиографическое – просматривание карточек каталога, рекомендательных списков, сводных списков журналов и статей за год и т.п.;

2. просмотрное – используется для поиска материалов, содержащих нужную информацию, обычно к нему прибегают сразу после работы со списками литературы и каталогами, в результате такого просмотра читатель устанавливает, какие из источников будут использованы в дальнейшей работе;

3. ознакомительное – подразумевает сплошное, достаточно подробное прочтение отобранных статей, глав, отдельных страниц, цель – познакомиться с характером информации, узнать, какие вопросы вынесены автором на рассмотрение, провести сортировку материала;

4. изучающее – предполагает доскональное освоение материала; в ходе такого чтения проявляется доверие читателя к автору, готовность принять изложенную информацию, реализуется установка на предельно полное понимание материала;

5. аналитико-критическое и творческое чтение – два вида чтения близкие между собой тем, что участвуют в решении исследовательских задач. Первый из них предполагает направленный критический анализ, как самой информации, так и способов ее получения и подачи автором; второе – поиск тех суждений, фактов, по которым или в связи с которыми, читатель считает нужным высказать собственные мысли.

Основным для студента является изучающее чтение – именно оно позволяет в работе с учебной литературой накапливать знания в профессиональной области.

При работе с литературой можно использовать основные виды систематизированной записи прочитанного:

1. Аннотирование – предельно краткое связное описание просмотренной или прочитанной книги (статьи), ее содержания, источников, характера и назначения.

2. Планирование – краткая логическая организация текста, раскрывающая содержание и структуру изучаемого материала.

3. Тезирование – лаконичное воспроизведение основных утверждений автора без привлечения фактического материала.

4. Цитирование – дословное выписывание из текста выдержек, извлечений, наиболее существенно отражающих ту или иную мысль автора.

5. Конспектирование – краткое и последовательное изложение содержания прочитанного.

Подготовка к лабораторным занятиям

При подготовке к лабораторным занятиям рекомендуется пользоваться материалами лекций, рекомендованной литературой и ресурсами интернет. Вопросы, которые вызывают затруднение при подготовке, должны быть заранее сформулированы и озвучены во время занятий в аудитории для дополнительного разъяснения преподавателем. Ответы, выносимые на обсуждение, должны быть тщательно подготовлены и по ним составлена схема (план), которой студент пользуется на занятии. При ответе надо логически грамотно выразить и обосновывать свою точку зрения, свободно оперировать понятиями и категориями. При самостоятельном решении задач нужно обосновывать каждый этап решения, исходя из теоретических положений курса.

Задание на дом к лабораторным занятиям № 1-5

Просмотреть материал лекций, учебники и методические рекомендации к выполнению лабораторной работы и подготовиться к осуществлению лабораторной работы.

Задание на дом к лабораторному занятию №6

Просмотреть материал лекций, учебники и подготовиться к обсуждению проблем в хроматографии.

Методические указания к выполнению лабораторных работ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

I часть

Тема: *Разделение аминокислот с помощью распределительной хроматографии на бумаге.*

Метод проведения: Научно-исследовательский. Разбор конкретных ситуаций.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоение метода радиальной бумажной хроматографии.

Подготовиться к выполнению следующих задач работы:

1. Освоить методику разделения и идентификации аминокислот методом бумажной хроматографии.
2. Изучить зависимость продвижения аминокислот по хроматограмме, исходя из их строения.
3. Решить задачу определения состава смеси аминокислот методом радиальной бумажной хроматографии.

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ

1. В чем состоит сущность жидкость-жидкостной распределительной хроматографии?
2. В чем преимущества метода бумажной распределительной хроматографии?
3. Какими рабочими характеристиками должна обладать бумага для хроматографии?
4. Какие требования к растворителям, применяемым в бумажной хроматографии?
5. Как проявляют пятна в бумажной хроматографии?

II часть

ТЕМА: *Некоторые специальные приемы работы: многократная и ступенчатая хроматография; двумерная хроматография.*

Метод проведения: Научно-исследовательский. Разбор конкретных ситуаций.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоение метода аналитической тонкослойной хроматографии.

Подготовиться к выполнению следующих задач работы:

1. Подобрать условия разделения (элюенты, многократность прогонки) смеси веществ с близкими R_f (2,4-ДНФГ ацетона, циклогексанона, циклопентанона, капронового альдегида).

2. С помощью двумерной хроматографии установить однородность вещества.

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ

1. Что такое ТСХ?
2. Перечислите постулаты теории ТСХ?
3. Что означают величины R_f , N , H ?
4. Какие требования к сорбентам, применяемым в ТСХ?
5. Какие разновидности сорбентов применяются в ТСХ?
6. В каких случаях применяется многократная, двумерная ТСХ?
7. Какие способы обнаружения пятен на ТСХ вы знаете?

Лабораторная работа № 2

(работа рассчитана на два занятия)

ТЕМА: *Колоночная хроматография (Разделение смеси азобензола и о-нитроанилина).*

Метод проведения: Научно-исследовательский. Разбор конкретных ситуаций.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоение метода адсорбционной колоночной хроматографии.

Подготовиться к выполнению следующих задач работы:

1. Приготовить колонку для хроматографического разделения смеси.
2. Произвести разделение смеси азобензола и о-нитроанилина.
3. С помощью тонкослойной хроматографии и определения температуры плавления установить однородность вещества.
4. Рассчитать суммарный выход с колонки и выходы отдельных разделяемых компонентов.

Вопросы для самопроверки:

1. Что такое сорбция и десорбция?
2. Какие требования к сорбентам, применяемым в адсорбционной колоночной хроматографии?
3. Какие разновидности сорбентов применяются в адсорбционной колоночной хроматографии?
4. Какие требования к растворителям, применяемым в адсорбционной колоночной хроматографии?

Лабораторная работа № 3 (работа рассчитана на два занятия)

ТЕМА: *Препаративная тонкослойная хроматография (подбор условий, разделение смеси и идентификация о- и п-нитроанилинов).*

Метод проведения: Научно-исследовательский. Разбор конкретных ситуаций.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоение метода адсорбционной тонкослойной препаративной хроматографии.

Подготовиться к выполнению следующих задач работы:

1. Приготовить пластинку для хроматографического разделения смеси.
2. Подобрать условия для препаративного разделения смеси с помощью аналитической ТСХ.
3. Произвести разделение смеси п-нитроанилина и о-нитроанилина.
4. С помощью тонкослойной хроматографии и определения температуры плавления установить однородность вещества.
5. Рассчитать суммарный выход с пластины и выходы отдельных разделяемых компонентов. Рассчитать эффективность разделения и ВЭТТ.

Вопросы для самопроверки:

1. Что такое сорбция и десорбция?
2. Какие требования к сорбентам, применяемым в адсорбционной тонкослойной хроматографии?
3. Какие разновидности сорбентов применяются в адсорбционной тонкослойной хроматографии?
4. Какие требования к растворителям, применяемым в адсорбционной тонкослойной хроматографии?

Лабораторная работа № 4

ТЕМА: *Определение качественного и количественного состава смеси углеводов методом газо-жидкостной хроматографии.*

Метод проведения: Научно-исследовательский. Разбор конкретных ситуаций.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоение метода газо-жидкостной хроматографии.

Подготовиться к выполнению следующих задач работы:

1. Ознакомиться с работой газо-жидкостного хроматографа
2. Разделить смесь углеводов

3. Установить качественный состав смеси методом внутренней нормализации

4. Установить количественный состав смеси

Вопросы для самопроверки:

1. В чем сущность метода ГЖХ?
2. Какие ограничения метода ГЖХ вы знаете?
3. Какие разновидности детекторов применяются в методе ГЖХ?
4. Как устроен катарометр?

Лабораторная работа 5.

ТЕМА: *Определение качественного и количественного состава смеси углеводов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (4 час).*

Метод проведения: Научно-исследовательский. Разбор конкретных ситуаций.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоение метода высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Подготовиться к выполнению следующих задач работы:

1. Ознакомиться с работой ВЭЖ хроматографа.
2. Разделить смесь углеводов.
3. Установить качественный состав смеси.
4. Установить количественный состав смеси методом внутреннего стандарта.

Вопросы для самопроверки:

1. В чем сущность метода ВЭЖХ?
2. Какие ограничения метода ВЭЖХ вы знаете?
3. Какие разновидности детекторов применяются в методе ВЭЖХ?
4. Как устроен высокоэффективный жидкостный хроматограф?

Подготовка к зачету

В процессе подготовки к зачету, следует ликвидировать имеющиеся пробелы в знаниях, углубить, систематизировать и упорядочить знания. Особое внимание следует уделить организации подготовки к зачету. Для этого важны следующие моменты - соблюдение режима дня: сон не менее 8 часов в сутки; занятия заканчивать не позднее, чем за 2-3 часа до сна; прогулки на свежем воздухе, неустойчивые занятия спортом во время перерывов между занятиями. Наличие полных собственных конспектов лекций является необходимым условием успешной сдачи зачета. Если пропущена какая-либо лекция, необходимо ее восстановить, обдумать, устранить возникшие вопросы, чтобы запоминание материала было

осознанным. Следует помнить, что при подготовке к зачету вначале надо просмотреть материал по всем вопросам сдаваемой дисциплины, далее отметить для себя наиболее трудные вопросы и обязательно в них разобраться. В заключение еще раз целесообразно повторить основные положения.

VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Учебные химические лаборатории. Химическая посуда и химические реактивы.

При реализации указанных видов учебной работы по курсу «Хроматография» используются:

- Высокоэффективный жидкостный хроматограф Agilent 1100.
- Высокоэффективный жидкостной хроматограф SHIMADZU LC6A.
- Хроматомасс-спектрометр Agilent GC-6890.
- Газо-жидкостный хроматограф ЛХМ-90.
- Хроматографические камеры.
- Хроматографические колонки.
- Хроматографические пластины.
- Микрошприц 5, 10 мкл.
- Углеводороды: бензол, толуол, о-ксилол, гексан.
- Красители.

VIII. ФОНДЫ ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

I. ПАСПОРТ ФОНДА ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

по дисциплине «Хроматография»

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
способность осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции (ПК-4)	Знает	стандартные операции работы на высокотехнологическом оборудовании и правила составления протоколов испытаний
	Умеет	выполнять стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства
	Владеет	способностью составлять протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций	Оценочные средства - наименование		
			текущий контроль	промежуточная аттестация	
1.	Раздел I. Классификация хроматографических методов. Адсорбционная молекулярная и распределительная хроматография. Тема 1. Введение. История метода. Классификация хроматографических методов. Аналитические и препаративные аспекты хроматографии. Возможности и значение метода. Тема 2. Адсорбционная молекулярная	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №1-3. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №1-3 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 1-3.(ПР-6). Групповая дискуссия (УО-4).	Вопросы к зачету №№ 1-14

	хроматография. Тема 3. Распределительная бумажная хроматография.				
2.	Раздел II. Газо- жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография. Тема 1. Газо- жидкостная хроматография. Тема 2. Высокоэффектив- ная жидкостная хроматография. Хроматография на оптически активных фазах. Тема 3. Препаративный аспект ГЖХ и ВЭЖХ. Раздел III. Прочие хроматографически е методы. Тема 1. Ионообменная хроматография. Тема 2. Гель- хроматография. Тема 3. Афинная хроматография и прочие хроматографиче- ские методы.	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 15- 30
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31- 41
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 42- 53
3.	Раздел IV. Прикладные хроматографичес- кие методы. Тема 1. Хроматографиче- ские методы анализа	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 15- 30

<p>окружающей среды. Тема 2. Хроматографические методы, основанные на анализе равновесного пара. Реакционная газовая хроматография. Тема 3. Хромато-масс-спектрометрия. Анализ нефтепродуктов хроматографическими методами. Тема 4. Хроматографические методы в клинической токсикологии и медицинской диагностике. Различные аспекты использования хроматографических методов в промышленности</p>	Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31-41
	Владеет	Анализ лабораторных работ № 4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 42-53

II. Шкала оценивания уровня сформированности компетенций

Задача профессиональной деятельности	Объекты или область знания	Код и наименование профессиональной компетенции	Код и наименование индикатора достижения профессиональной компетенции	Основание (ПС, анализ иных требований, предъявляемых к выпускникам)
Тип задач профессиональной деятельности: технологический				
Контроль качества сырья и готовой продукции метрология, паспортизация и	Профессиональное оборудование	ПК-4 Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой	ПК-4-1. Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и	ПС: 19.002 20.027 23.041 24.020 24.028 24.030 26.001

сертификации продукции; диагностика материалов и оборудования		продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции	конечной продукции химического производства ПК-4-2. Составляет протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме	26.006
				26.009
				26.011
				26.013
				40.010
				40.012
				40.022
				40.043
				40.044
				40.060
				40.085
40.105				
40.133				
40.139				

Код и формулировка компетенций	Этапы формирования компетенции		критерии	показатели
ПК-4 способность осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции	знает (пороговый уровень)	стандартные операции работы на высокотехнологическом оборудовании и правила составления протоколов испытаний	знать основные операции работы на высокотехнологическом оборудовании	способность записать и интерпретировать хроматограммы, составить отчет о соответствии хроматографических данных качественным или количественным характеристикам вещества
	умеет (продвинутой)	выполнять стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства	уметь выбирать нужные хроматографические методы исследования для характеристики сырья и продукции химического производства	способность применять полученную информацию в научных исследованиях
	Владеет (высокий)	способностью составлять протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме	Владение полным представлением об устройстве и принципах работы современных хроматографов; владение	Способность владеть полным представлением об устройстве и принципах

			разнообразными способами пробоподготовки для основных изучаемых хроматографических методов исследования; владение навыками практической работы на современном оборудовании.	работы приборов для хроматографического анализа; способность использовать разнообразные способы пробоподготовки при использовании различных хроматографических методов анализа; способность использовать любой из основных хроматографических методов анализа на современном оборудовании для решения структурно-аналитических задач.
--	--	--	---	---

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

1. Собеседование (УО-1) (Средство контроля, организованное как специальная беседа преподавателя с обучающимся на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, и рассчитанное на выяснение объема знаний обучающегося по определенному разделу, теме, проблеме и т.п.) - Вопросы по темам/разделам дисциплины.

2. Тест (ПР-1). (Система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося по дисциплине) – набор вариантов тестовых заданий.

4. Лабораторная работа (ПР-6). (Средство для закрепления и практического освоения материала по определенному разделу) – Комплект методических указаний к выполнению и оформлению отчета по лабораторной работе.

5. Зачет (Средство промежуточного контроля) – Вопросы к зачету,

образцы билетов.

КОМПЛЕКС ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ

Перечень теоретических вопросов к зачету по дисциплине «Хроматография»

К аттестации по дисциплине допускаются студенты, выполнившие все лабораторные и практические работы и защитившие отчеты по ним.

1. Технические характеристики сорбентов. (1.Средний размер частиц. 2. Средний размер пор. 3. Удельная поверхность. 4. Насыпная плотность).
2. Оксид алюминия (способ получения, нейтральный (6,9-7,1), кислый (4-5))
3. Силикагели. Получение. Разновидности (рН 3-5). Связующие реагенты для силикагеля.
4. Органические адсорбенты (полиамиды, полиэтилен, моно- и полисахариды, декстриновые гели.
5. Активированные угли. Варианты использования. Получение. Разновидности АУ (ультрамикропористые, мезопористые, макропористые.
6. Молекулярные сита или цеолиты. Группы цеолитов (шабазита, натролита, гейландита, морденита). Специфичность адсорбции. Недостатки.
7. Поверхностно-пористые адсорбенты (ППА). Достоинства и недостатки.
8. Растворители в молекулярной адсорбционной хроматографии и требования к ним.
9. Элюотропный ряд для полярных растворителей (Траппе, Рена, Страйна).
10. Элюотропный ряд для неполярных адсорбентов.

11. Градиентная хроматография (метод, изократический режим, преимущества).
12. Колоночная молекулярная адсорбционная хроматография:
 - конструкционные параметры колонок (длина, внутренний диаметр, форма, материал, соотношение м/у длиной, вн. диаметром и эффективностью);
 - способы заполнения колонки (сухой, мокрый);
 - скорость подачи подвижной фазы (линейная скорость (см/сек));
 - рабочее давление в колонках, температура;
 - разновидности ввода пробы;
 - Детектирование (on-line, off-line. Виды детекторов;
 - Качественный и количественный анализ фракций.
13. Адсорбционная молекулярная тонкослойная хроматография (ТСХ):
 - основные постулаты теории ТСХ;
 - R_f . Формула. Смысл.
 - Эффективность разделения. ВЭТТ.
 - адсорбенты для ТСХ
 - методические варианты ТСХ.
 - ступенчатая, многократная и двумерная ТСХ
 - способы обнаружения веществ на хроматограммах (проявители общего и специфического назначения)
14. Распределительная бумажная хроматография:
 - Техника исполнения.
 - Бумага и требования к ней
 - Метод обращенной фазы
 - Растворители и требования к ним.
 - Достоинства и недостатки метода.
15. Блок схема ГЖХроматографа.
16. Детекторы в ГЖХ **Уравнение Ван-Деемтера**:
 - А-фактор вихревой диффузии
 - В-фактор молекулярной диффузии

- С-фактор сопротивления массопередаче.
17. **Селективность НФ** по отношению к анализируемым веществам.
 18. **Критерий разделения** – учитывает влияние на полноту разделения как эффективности колонки так и ее селективности.
 19. **Степень разделения** – для перекрывающихся пиков.
 20. **Неподвижные фазы в ГЖХ.** Требования к неподвижным фазам.
 21. **Индексы удерживания Ковача.**
 22. **Анализ лабильных и нелетучих соединений методом ГЖХ.** Способы повышения летучести определяемых компонентов в ГЖХ (метилирование ацилирование, силилирование).
 23. **Реакционная газовая хроматография, сущность метода.**
 24. **Планирование разделения:**
 - Сложность образца
 - Свойства отдельных компонентов (различия по структ, полярности, раств.)
 - Фазовый состав смеси (агрег. состояние).
 - Концентрация интерес. в-в.
 - Выбор цели разделения.
 25. **Последовательность препаративного деления:**
 - Определение проблемы (цель деления)
 - Грубое разделение.
 - Разработка аналитического разделения
 - Препаративное разделение в аналитической колонке
 - Масштабирование деления до препаративного
 - Сбор фракций и объединение подходящих фракций.
 26. **Методы повышения производительности препаративных хроматографических систем. Импульсный режим и его суть.**
 27. **Сущность и задачи ионообменной хроматографии.**

28. Сущность и задачи гель-хроматографии.
29. Сущность и задачи афинной хроматографии.
30. Хроматография на оптически активных фазах.
31. Типы нефтей (нафтеновые, парафиновые).
32. Использование хроматографических методов для выявления нефтяных и газовых месторождений.
33. Определение октанового числа хроматографическими методами.
34. Контроль загрязнения окружающей среды нефтепродуктами.
35. Анализ газов в трансформаторном масле.
36. Задачи при анализе: а) атмосферного воздуха и рабочей зоны; б) загрязнений почв; в) загрязнений воды.
37. Способы концентрирования объектов: а) концентрирование путем адсорбции; б) криогенный способ (хладагенты...); в) абсорбция примесей.
38. АРП-метод, сущность, формула метода.
39. Десорбция примесей из сорбента.
40. Определение оксидов С.
41. Определение галогенов.
42. Определение оксидов азота.
43. Определение соединений S и P.
44. Определение металлов (Hg, Pb, Sn).
45. Определение низкокипящих углеводородов.
46. Определение ароматических углеводородов.
47. Определение ПАУ.
48. Определение HNaI.
49. Определение пестицидов и хлороорганических соединений.
50. Метод хромато-масс-спектрометрии.
51. Хроматографические методы в токсикологии.
52. Хроматографические методы в медицинской диагностике.
53. Использование хроматографических методов в промышленности.

Комплект заданий итогового тестирования

1. Для большинства разделений в высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) достаточна эффективность колонки:

1. 10 теоретических тарелок (ТТ)
2. 100 ТТ

3. 1000 ТТ
4. 1.000.000 ТТ

2. Какой из хроматографических процессов подразумевает использование одного и того же соединения в качестве подвижной и неподвижной фазы?

1. Аффинная хроматография
2. Ионообменная хроматография
3. Осадочная хроматография
4. Гель-хроматография

3. Изодисперсными называют сорбенты для хроматографии с:

1. Одинаковым размером пор
2. Одинаковой удельной поверхностью
3. Одинаковым размером зерна
4. Одинаковой насыпной плотностью

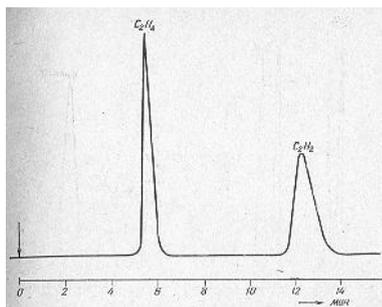
4. Какой из параметров не входит в классическое уравнение Лэнгмюра для молекулярной адсорбционной хроматографии?

1. Текущая концентрация сорбата
2. Предельная сорбционная емкость
3. Количество сорбента
4. Адсорбция

5. Какой из параметров хроматографического процесса не позволяет улучшить техника «рецикла»?

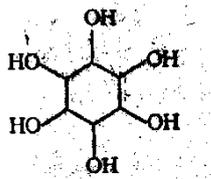
1. Улучшить разделение за счет увеличения длины пробега анализируемой смеси.
2. Увеличить разовую нагрузку на колонку
3. Увеличить производительность (мг/мин) препаративной наработки веществ
4. Уменьшить стоимость оборудования

6. Какое сочетание терминов хроматографического процесса следует



использовать для описания ниже приведенной хроматограммы?

1. Высокая эффективность, низкая селективность
 2. Высокая селективность, низкая эффективность
 3. Умеренная эффективность, высокая селективность
 4. Низкая эффективность, низкая селективность
7. Исходя из структурных особенностей строения, оцените полярность



неподвижной фазы «инозит»:

1. Неполярная
2. Малополярная
3. Среднеполярная
4. Полярная

8. Спектральный диапазон «характеризующего» ИК-Фурье детектора для ВЭЖХ составляет:

1. 4000-400 см⁻¹
2. 1- 100 Å⁰
3. 180 – 900 нм
4. 0 – 20 м.д.
5. 100 – 1000 у.е.

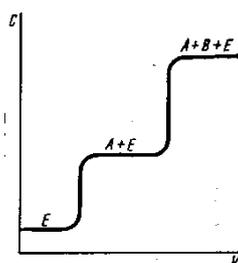
9. Какое из ниже перечисленных соединений используется в качестве бактериостаза для предотвращения бактериального поражения природных гелей в эксклюзионной и аффинной хроматографиях?

1. Нитрат натрия
2. Фосфат натрия
3. Азид натрия
4. Силикат натрия

10. Какой из хроматографических процессов осуществляется без неподвижной фазы?

1. Газо-жидкостная хроматография (ГЖХ) на насадочных колонках
2. Гидродинамическая хроматография
3. Аффинная хроматография
4. Капиллярный вариант ГЖХ

11. Какой из вариантов проведения хроматографического процесса



описывает ниже приведенная хроматограмма?

1. Проявительный
2. Фронтальный
3. Вытеснительный
4. Комбинированный

12. Справедливо ли следующее утверждение: «Пиковая емкость гель-процесса максимальна по сравнению с другими видами хроматографии?»

1. Да, справедливо
2. Нет, утверждение неверно

13. Какие из перечисленных соединений не могут являться аффинными лигандами для выделения ферментов?

1. Ингибиторы
2. Субстраты
3. Кофакторы
4. Сложногландины

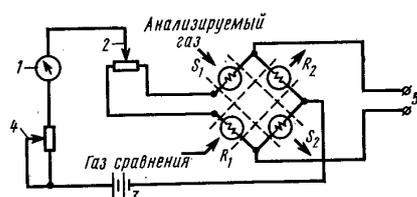
14. По шкале полярности неподвижных фаз Роршайдера оксидипропионитрил ($\text{NCCCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CN}$) имеет полярность:

1. 0 (ноль)
2. 100
3. 147
4. 2π

15. В элюотропных рядах Шталя (Рена, Страйна, Траппе) наибольшей вытесняющей способностью будут обладать:

1. Перфторалканы
2. Хлорированные углеводороды
3. Высшие спирты
4. Низшие карбоновые кислоты

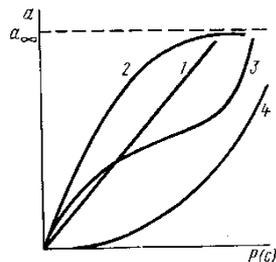
16. Какой тип детектора для ГЖХ представлен на рисунке?



1. Пламенно-ионизационный
2. Катарометр
3. Масс-селективный
4. Спектрофотометрический

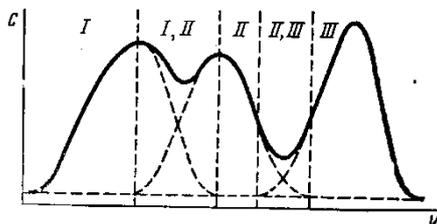
17. Исходя из структурных особенностей строения, оцените полярность фазы «карбовакс 300» (PEG 300 , полиэтиленгликоль): $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$

1. Неполярная
2. Малополярная
3. Полярная



18. Какую из четырех изотерм сорбции принято называть «положительной»?

1. Изотерма 1
2. Изотерма 2
3. Изотерма 3
4. Изотерма 4



19. Как следует охарактеризовать приведенную хроматограмму?

1. Низкая эффективность, низкая селективность
2. Низкая эффективность, достаточная селективность
3. Высокая эффективность, недостаточная селективность
4. Высокая эффективность, высокая селективность

20. Какой из углеводородов нормального строения имеет индекс удерживания Ковача равный 100?

1. Декан
2. Додекан
3. Метан
4. Эйкозан
5. $C_{100}H_{202}$

21. Какой из параметров в уравнении Ван-Деемтера для высоты эквивалентной теоретической тарелке (ВЭТТ) не зависит от скорости потока газа носителя?

1. Фактор вихревой диффузии
2. Фактор молекулярной диффузии

3. Сопротивление массопередаче
4. Не один из перечисленных

22. Какая из перечисленных фаз для газожидкостной хроматографии будет обладать наибольшей полярностью?

1. Сквалан (2,6,10,15,19,23-гексаметилтетракозан)
2. Апиезон
3. Гексадекан
4. Оксидипропионитрил

23. Для работы пламенно-ионизационного детектора (ПИД) абсолютно необходимым является один из ниже перечисленных газов:

1. Гелий высокой чистоты
2. Аргон
3. Азот
4. Водород

24. Какой из терминов не используется для описания кривой гель-процесса?

1. Полное проникновение
2. Исключение
3. Сочетание
4. Селективное проникновение

25. Какая разновидность хроматографии позволяет добиться максимальной пиковой емкости?

1. Капиллярная газо-жидкостная
2. Ионообменная
3. Насадочная газо-жидкостная
4. Колоночная молекулярно-адсорбционная

26. Какие из сорбентов для молекулярной адсорбционной хроматографии являются строго изопористыми?

1. Активированные угли
2. Оксид алюминия
3. Графитизированная сажа

4. Цеолиты

27. К реактивам общего назначения для проявления пятен веществ в тонкослойной хроматографии не относится:

1. Концентрированная серная кислота
2. Иод
3. Парафин
4. Раствор бихромата калия

28. В обращенно-фазных разновидностях хроматографии:

1. Подвижная фаза полярнее неподвижной
2. Неподвижная фаза полярнее подвижной
3. Полярность фаз строго одинакова
4. Полярность фаз не имеет значения

29. Оцените высоту эквивалентную одной теоретической тарелке (ВЭТТ) при дистилляции (хромадистилляции) азеотропных смесей:

1. 0 (ноль)
2. 1 (единица)
3. 3,1415926
4. ∞ (бесконечность)

30. Какой из параметров в уравнении Ван-Деемтера для высоты эквивалентной теоретической тарелке (ВЭТТ) линейно зависит от скорости потока газа носителя?

1. Фактор вихревой диффузии
2. Фактор молекулярной диффузии
3. Сопротивление массопередаче
4. Не один из перечисленных

31. Какой из факторов уравнения Ван-Деемтера для ВЭТТ незначим в процессах высокоэффективной жидкостной хроматографии?

1. Фактор вихревой диффузии

2. Фактор молекулярной диффузии
3. Сопротивление массопередаче
4. Значимы все факторы

32. Какой из ниже перечисленных газов носителей в ГЖХ принято считать «диффузионно-неплотным»?

1. Водород
2. Азот
3. Аргон
4. Воздух

33. При использовании для детектирования спектрофотометрического УФ детектора нельзя применять в качестве элюента:

1. Этанол
2. Бензол
3. Четыреххлористый углерод
4. Вода

34. Какая из базовых разновидностей хроматографии структурно включает в себя как частный случай «гидрофобную хроматографию» («Hydrophobic Interaction Chromatography»)?

1. Эксклюзионная хроматография
2. Ионообменная хроматография
3. Адсорбционная молекулярная хроматография
4. Аффинная хроматография

35. Для какой цели в современных хроматографических системах используется «обратная продувка»?

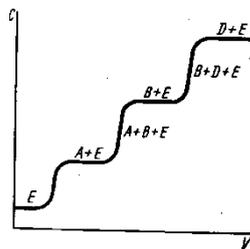
1. Увеличение чувствительности системы
2. Сокращение времени анализа
3. Улучшение разрешающей способности
4. Достижимы все перечисленные варианты

36. Какое из соединений начинает шкалу полярности неподвижных фаз для газо-жидкостной хроматографии Роршнайдера?

1. Оксидипропионитрил
2. Диметилфталат
3. Сквалан

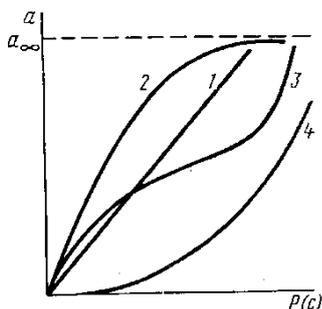
4. Инозит

37. Какой из вариантов проведения хроматографического процесса описывает ниже приведенная хроматограмма?



1. Проявительный
2. Фронтальный
3. Вытеснительный
4. Комбинированный

38. Какую из четырех изотерм сорбции принято называть «отрицательной»?



1. Изотерма 1
2. Изотерма 2
3. Изотерма 3
4. Изотерма 4

39. В газо-жидкостной хроматографии линейную скорость газа-носителя измеряют:

1. Непосредственно за редуктором газового баллона
2. Перед инжектором
3. После инжектора
4. За используемым детектором

40. Какой из ниже перечисленных детекторов для ГЖХ обладает наименьшей чувствительностью?

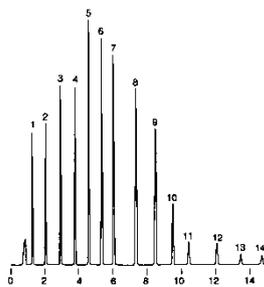
1. Детектор водородного пламени

2. Масс-селективный детектор
3. Катарометр
4. Электрозахватный

41. Спектральный диапазон UV-Vis фотодиодной матрицы для ВЭЖХ составляет:

1. 4000-400 см⁻¹
2. 1- 100 Å⁰
3. 180 – 900 нм
4. 0 – 20 м.д.
5. 100-1000 у.е.

42. Какое сочетание терминов хроматографического процесса следует использовать для описания ниже приведенной хроматограммы?



1. Высокая эффективность, низкая селективность
2. Высокая селективность, низкая эффективность
3. Высокая эффективность, высокая селективность
4. Низкая эффективность, низкая селективность

43. Справедливо ли следующее утверждение: «Капиллярный вариант газо-жидкостной хроматографии более эффективен чем вариант с использованием насадочных колонок»?

1. Да, утверждение абсолютно справедливо
2. Утверждение справедливо лишь для отдельных классов соединений
3. Нет, утверждение неверно

44. С какой целью используется градиентное элюирование в высокоэффективной жидкостной хроматографии?

1. Для предотвращения загрязнения колонки
2. Для повышения чувствительности прибора
3. Для сокращения времени анализа
4. Для улучшения разрешающей способности

45. Какой диапазон коэффициентов распределения позволяет обойтись без градиентного элюирования в высокоэффективной жидкостной хроматографии?

1. 0 – 1
2. 1 – 10
3. 1 – 1000
4. 1 - 1000000

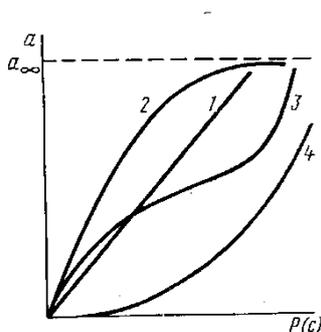
46. В условиях бумажной хроматографии из перечисленных аминокислот наименьшим Rf будет обладать:

1. Глицин
2. Аланин
3. Фенилаланин

47. Как определяется селективность неподвижной фазы по отношению к любым двум соединениям?

1. Отношением их исправленных времен удерживания
2. Соотношением площадей их пиков
3. Частным от деления расстояния между пиками на сумму ширины каждого пика на половине его высоты

48. Какая из приведенных изотерм наиболее характерна для

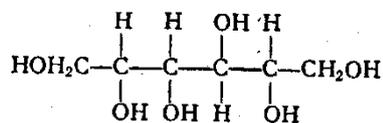


ионообменной хроматографии?

1. Изотерма 1

2. Изотерма 2
3. Изотерма 3
4. Изотерма 4

49. Исходя из структурных особенностей строения, оцените полярность



«сорбитола» при использовании его в качестве неподвижной фазы:

1. Неполярная фаза
2. Малополярная фаза
3. Фаза средней полярности
4. Полярная фаза

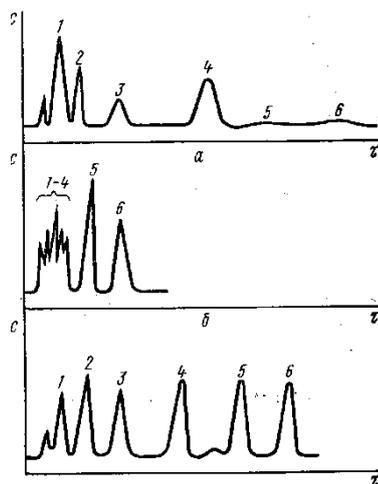
50. Какой из детекторов используемых в газо-жидкостной хроматографии является не деструктивным?

1. Пламенно-ионизационный
2. Пламенно-фотометрический
3. Катарометр
4. Гелиевый ионизационный

51. Какой из факторов уравнения Ван-Деемтера для ВЭТТ незначим в процессах газо-жидкостной капиллярной хроматографии?

1. Фактор вихревой диффузии
2. Фактор молекулярной диффузии
3. Сопротивление массопередаче
4. Значимы все факторы

52. Какая из трех хроматограмм получена в градиентном режиме?



1. Хроматограмма 2
2. Хроматограмма 1
3. Хроматограмма 3

53. В какой из разновидностей хроматографии используется термин «Правило трех точек»?

1. Хроматография на оптически активных фазах
2. Ионообменная хроматография
3. Гель-фильтрация
4. Противоточный ионный обмен

54. С какой целью используется программирование температуры в газожидкостной хроматографии?

1. Для предотвращения загрязнения инжектора нелетучими веществами
2. Для повышения чувствительности прибора
3. Для сокращения времени анализа
4. Для улучшения разрешающей способности

55. Какой из перечисленных детекторов следует использовать в качестве дополнительного при разделении оптических антиподов на хиральных неподвижных фазах?

1. Флюориметр
2. Ультразвуковой детектор
3. Кулонометрический детектор
4. Поляриметр

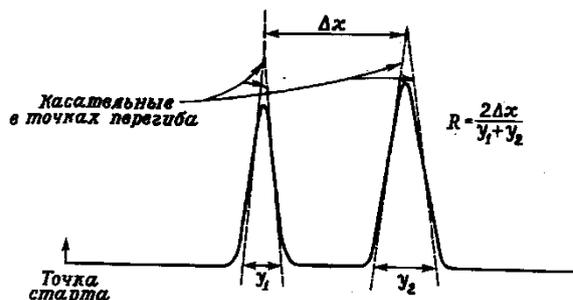
56. При масштабировании аналитического разделения до препаративного (например, при увеличении нагрузки в 10 раз) в первую очередь следует:

1. В 10 раз увеличить длину колонки
2. В 10 раз уменьшить скорость подачи элюента
3. В 10 раз увеличить площадь поперечного сечения колонки
4. В 10 раз увеличить диаметр колонки

57. Согласны ли Вы с утверждением: «Гомоморфный образ группы изоморфен фактор-группе по ядру гомоморфизма»?

1. Да. Согласен
2. Нет. Категорически не согласен
3. Не знаю

58. Какой из параметров хроматографического процесса описывается



ниже приведенной хроматограммой и формулой?

1. Эффективность хроматографической системы
2. Селективность неподвижной фазы
3. Критерий разделения двух пиков
4. Степень разделения двух пиков

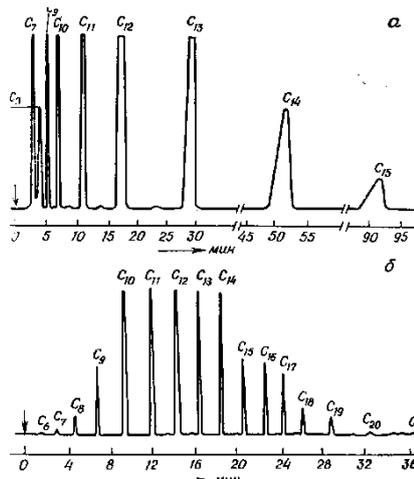
59. Какой из ниже перечисленных газов носителей в ГЖХ принято считать «диффузионно-неплотным»?

1. Аргон
2. Пропан-бутан
3. Азот
4. Гелий

60. Наименьшей вытесняющей способностью с поверхности активированных углей обладает:

1. Сероуглерод
2. Бензол
3. Метанол
4. Диэтиловый эфир

61. Какая из двух приведенных хроматограмм одного и того же образца



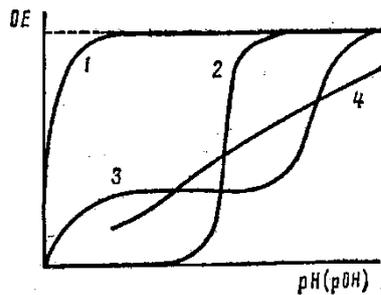
получена в изотермическом режиме?

1. Верхняя хроматограмма
2. Нижняя хроматограмма

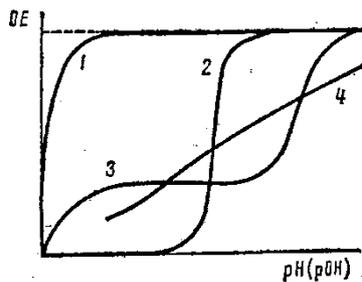
62. В условиях бумажной хроматографии из перечисленных аминокислот наибольшим R_f будет обладать:

1. Глицин
2. Аланин
3. Фенилаланин

63. Какая из кривых обменной емкости (ОЕ) ионитов характерна для ионитов II типа (проявляющих свойства слабых кислот или слабых оснований)?



оснований)?



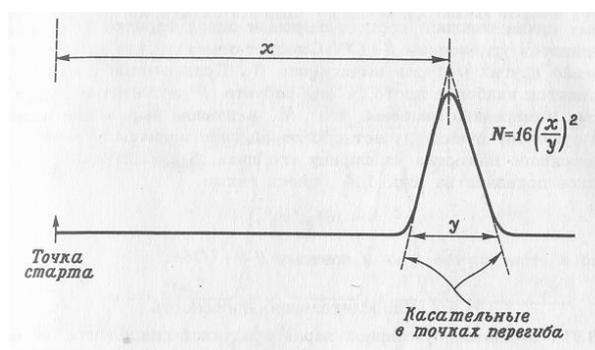
1. Кривая 1

2. Кривая 2
3. Кривая 3
4. Кривая 4

64. Фильтр сигареты работает в режиме:

1. Проявительной хроматографии
2. Фронтальной хроматографии
3. Вытеснительной хроматографии

65. Какой из параметров хроматографического процесса описывается



ниже приведенной хроматограммой и формулой?

1. Эффективность хроматографической системы
2. Селективность неподвижной фазы
3. Критерий разделения
4. Степень разделения

66. Для какой цели применяют двухмерную бумажную хроматографию и ТСХ?

1. Для разделения двух веществ, первое из которых элюируется только одним растворителем, а второе – другим.
2. Для разделения двух веществ с одинаковыми Rf в обоих растворителях
3. Для разделения веществ, имеющих близкие значения Rf в одном растворителе и различные – в другом.
4. Для повышения чувствительности хроматографического метода

67. При использовании какого из газов размывание полос за счет молекулярной диффузии будет минимально?

1. Водород
2. Гелий
3. Азот
4. Аргон

68. Справедливо ли следующее утверждение: «Для успешного разделения оптических антиподов на хиральных неподвижных фазах эти фазы обязательно должны иметь 100% оптическую чистоту»?

1. Да, утверждение абсолютно справедливо
2. Достаточно 50% оптической чистоты неподвижной фазы
3. 100% чистота желательна, но не обязательна

69. Какой из углеводородов нормального строения имеет индекс удерживания Ковача равный 1000?

1. Метан
2. Смесь пропана и бутана
3. Декан
4. Тетракозан

70. Наименьшей вытесняющей способностью с поверхности активированных углей обладает:

1. Сероуглерод
2. Вода
3. Метанол
4. Диэтиловый эфир

71. Какие из сорбентов для молекулярной адсорбционной хроматографии являются строго изопористыми?

1. Активированные угли
2. Оксид алюминия
3. Графитизированная сажа
4. Пермутиты

72. В нормально-фазных разновидностях хроматографии:

1. Подвижная фаза полярнее неподвижной
2. Неподвижная фаза полярнее подвижной

3. Полярность фаз строго одинакова
4. Полярность фаз не имеет значения

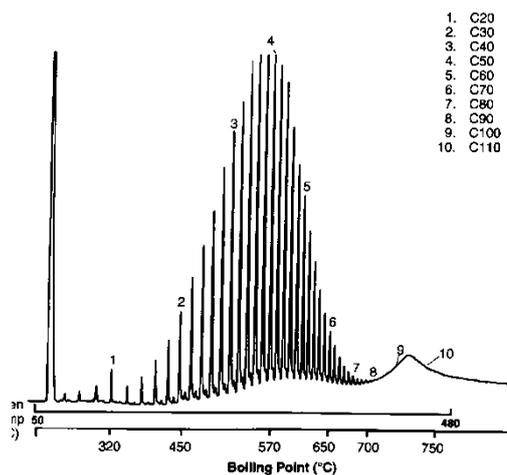
73. Какой из детекторов используемых в газо-жидкостной хроматографии является не- селективным (универсальным)?

1. Пламенно-ионизационный
2. Пламенно-фотометрический
3. Термоионный
4. Электрозахватный

74. Как определяется критерий разделения двух любых соединений в хроматографических процессах?

1. Отношением их исправленных времен удерживания
2. Соотношением площадей их пиков
3. Частным от деления расстояния между пиками на сумму ширины каждого пика на половине его высоты

75. Какое сочетание терминов хроматографического процесса следует использовать для описания ниже приведенной хроматограммы?

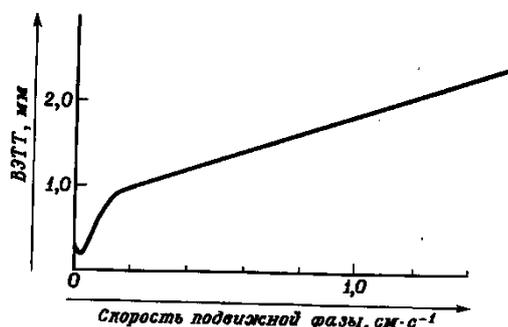


1. Высокая эффективность, низкая селективность
2. Высокая селективность, низкая эффективность
3. Высокая эффективность, высокая селективность
4. Низкая эффективность, низкая селективность

76. Какой из перечисленных детекторов подходит для анализа полисахаридов методом жидкостной хроматографии?

1. Флюориметр
2. Катарометр
3. Рефрактометр
4. UV-Vis спектрофотометр

77. Для какого хроматографического процесса характерна следующая зависимость высоты эквивалентной теоретической тарелке (ВЭТТ) от



скорости потока подвижной фазы?

1. Газо-жидкостная хроматография
2. Высокоэффективная жидкостная хроматография
3. Газовая адсорбционная хроматография

78. От каких факторов зависит скорость перемещения и R_f пятен веществ в тонкослойной и бумажной хроматографиях?

1. От концентрации определяемого вещества и температуры
2. От природы сорбента (бумаги) и способа проявления хроматограммы
3. От применяемого растворителя и давления его паров
4. От структуры анализируемого соединения и характера растворителя

79. В какой из разновидностей хроматографии используются термины «независимое поведение» и «кооперативный эффект»?

1. Хроматография на оптически активных фазах
2. Ионообменная хроматография
3. Гель-фильтрация
4. Противоточный ионный обмен

80. В элюотропных рядах Шталя (Рена, Страйна, Траппе) наименьшей вытесняющей способностью будут обладать:

1. Перфторалканы
2. Хлорированные углеводороды
3. Высшие спирты
4. Низшие карбоновые кислоты

81. Какой из перечисленных детекторов высокоселективен по отношению к фосфор-, серу- и галогенсодержащим органическим соединениям?

1. Пламенно-фотометрический
2. Ультразвуковой
3. Гелиевый ионизационный
4. Катарометр

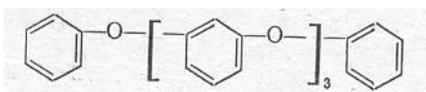
82. Основным недостатком криогенных методов концентрирования объектов окружающей среды для их хроматографического определения является:

1. Необходимость использования низких температур
2. Конденсация паров воды
3. Высокая трудоемкость криогенных методов

83. Какой из органов чувств человека воспроизводит используемый в хроматографии метод “анализа равновесного пара” (АРП)?

1. Осязание
2. Обоняние
3. Зрение
4. Чувство глубокого внутреннего удовлетворения

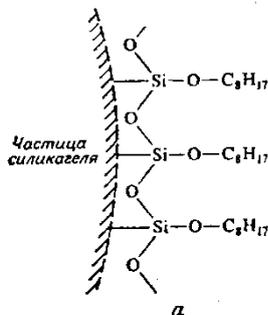
84. Исходя из структурных особенностей строения определите полярность неподвижной фазы «OS-124» (полифениловый эфир):



1. Неполярная
2. Фаза средней полярности
3. Полярная фаза

1. Сорбент А
2. Сорбент Б
3. Сорбент В

88. Как называются неподвижные фазы на основе силикагеля с



модифицированной алкильными радикалами поверхностью?

1. «Щетки»
2. «Зубочистки»
3. «Ковровые покрытия»
4. «Апельсин в кожуре»

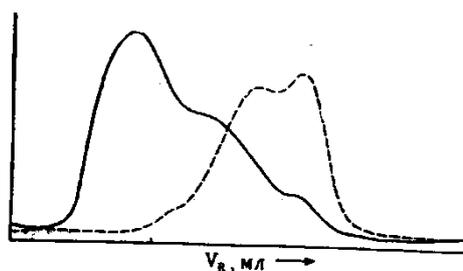
89. Какой из перечисленных детекторов высокоселективен по отношению к фосфор-, азот- и галогенсодержащим органическим соединениям?

1. Детектор по теплопроводности
2. Пламенно-ионизационный детектор
3. Термоионный детектор
4. Детектор сечения ионизации

90. Какая из неподвижных фаз может быть использована для разделения смеси D- и L-пентаметилглюкопиранозидов?

1. Полиоксиметилен
2. Олигомерный полиэтилентерефталат
3. Триацетилцеллюлоза
4. Тетрацианопентаэритрит

91. Какое сочетание терминов хроматографического процесса следует использовать для описания ниже приведенной хроматограммы?



1. Высокая эффективность, низкая селективность
2. Высокая селективность, низкая эффективность
3. Высокая эффективность, высокая селективность
4. Низкая эффективность, низкая селективность

92. При использовании какого из газов размывание полос за счет молекулярной диффузии будет максимально?

1. Водород
2. Гелий
3. Азот
4. Аргон

93. Какой из приведенных детекторов является селективным?

1. Детектор по теплопроводности
2. Детектор водородного пламени
3. Детектор по теплоте адсорбции
4. Термоионный детектор

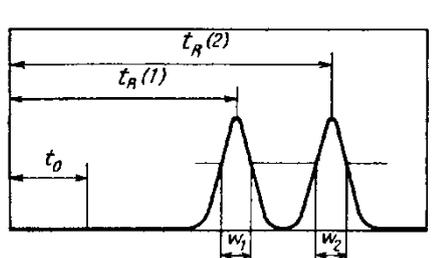
94. Чем отличается распределительная газовая хроматография от адсорбционной газовой хроматографии?

1. Различий нет
2. В распределительной газовой хроматографии вещества поглощаются пленками различных жидкостей, а в газовой – твердыми пористыми адсорбентами
3. Распределительная газовая хроматография позволяет точнее разделить и проанализировать любую смесь веществ
4. В распределительной газовой хроматографии используются более низкие рабочие температуры во избежание термодеструкции неподвижной фазы

95. Какой из ниже приведенных спиртов будет обладать наибольшей вытесняющей способностью с поверхности полярных сорбентов (оксид алюминия, силикагель)?

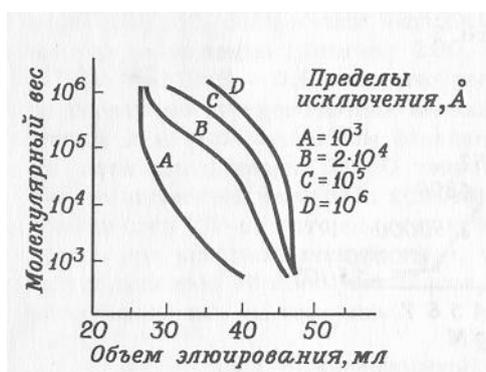
1. Метанол
2. Этанол
3. н-Пропанол
4. Изопропанол
5. трет-Бутанол

96. Какую из характеристик хроматографического процесса определяют



по хроматограмме по формуле: $X = (t_R^2 - t_R^1) / (w_2 - w_1)$

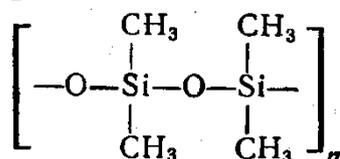
1. Селективность
2. Разрешение
3. Эффективность



97. Какой из хроматографических процессов описывают калибровочные кривые А –D?

1. Аффинная хроматография
2. Ионообменная хроматография
3. Хроматография на хиральных фазах
4. Гель-проникающая хроматография

98. Исходя из структурных особенностей строения, оцените полярность



фазы SE-30:

1. Неполярная
2. Среднеполярная
3. Полярная
4. Чрезвычайно полярная

99. В атомно-эмиссионном спектрофотометрическом детекторе для перевода пробы в ионизированное (возбужденное) состояние используется:

1. Электронный удар
2. Ионизирующее излучение
3. Нить накаливания
4. Плазменный факел

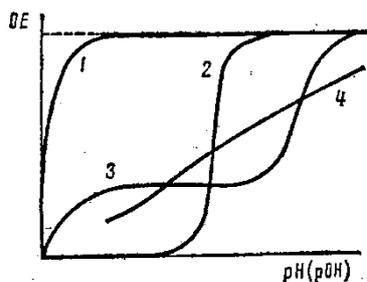
100. Наибольшей вытесняющей способностью с поверхности активированных углей обладает:

1. Сероуглерод
2. Вода
3. Метанол
4. Диэтиловый эфир

101. Какой из детекторов может быть использован для хроматографического разделения и анализа смеси инертных газов (He, Ne, Ar, Kr, Xe)?

1. Пламенно-ионизационный
2. Катарометр
3. Спектрофотометрический
4. Термоионный

102. Какая из кривых обменной емкости ионитов характерна для ионитов I типа (проявляющих свойства сильных кислот и оснований)?



1. Кривая 1
2. Кривая 2
3. Кривая 3
4. Кривая 4

103. Основным требованием, предъявляемым к подвижной и неподвижной фазам в жидкостной хроматографии, является:

1. Различие в полярности фаз
2. Различие в температурах кипения фаз
3. Бинарная несмешиваемость
4. Образование азеотропной смеси

104. Как называется аналитический прием методологически обратный «анализу равновесного пара»?

1. «Равновесное концентрирование»
2. «Неравновесное концентрирование»
3. «Аддитивное концентрирование»
4. «Адиабатическое концентрирование»

105. Какой режим хроматографирования называют «изократическим»?

1. Подача элюента производится при постоянной температуре
2. Состав элюента не меняется в ходе эксперимента
3. Состав элюента меняется таким образом, что вытесняющая способность возрастает
4. Подача элюента происходит с постоянной скоростью

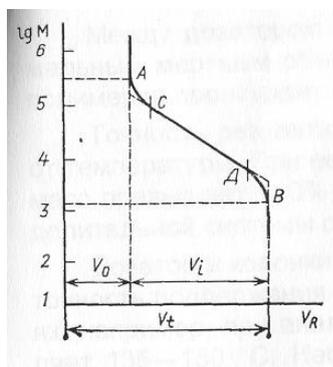
106. Насколько справедливо следующее утверждение: «Полная динамическая емкость сорбента всегда больше динамической емкости до проскока»?

1. Утверждение справедливо
2. Утверждение справедливо лишь для ионообменной хроматографии
3. Утверждение справедливо лишь для молекулярной адсорбционной хроматографии в ее колоночном варианте
4. Утверждение неверно

107. Как следует трактовать термин «колонка бесконечного диаметра»?

1. Термин относится к хроматографическим колонкам у которых диаметр больше длины
2. Термин относится к колонкам с эффективностью одна теоретическая тарелка
3. Термин относится к тем колонкам, в которых удастся избежать «краевого эффекта»
4. Термин придуман специально для данного теста

108. Какой из участков калибровочной кривой гель-процесса называется



«исключение»?

1. Участок AC
2. Участок CD
3. Участок DB
4. Участок V_t

109. Исходя из структурных особенностей строения, оцените полярность фазы «Амоко Н100» (полибутен):

1. Неполярная
2. Малополярная
3. Средней полярности
4. Полярная

110. Как соотносятся ВЭТТ (высоты эквивалентные теоретической тарелке) в хроматографических системах со стационарной неподвижной фазой и в противоточных хроматографических системах?

1. В стационарном (классическом варианте) ВЭТТ меньше
2. В стационарном (классическом варианте) ВЭТТ больше
3. ВЭТТ не зависит от способа хроматографирования

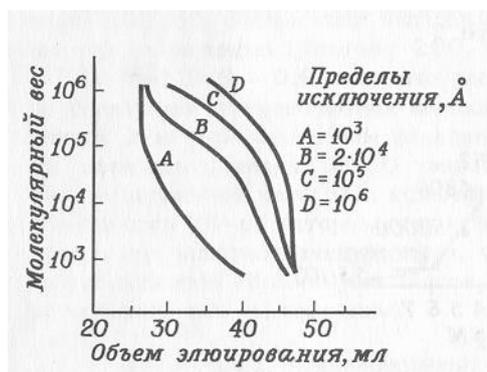
111. В каком из хроматографических режимов осуществляется очистка (обесцвечивание) сахарных сиропов на колоннах с активированным углем?

1. Проявительный
2. Фронтальный
3. Вытеснительный
4. Комбинированный

112. Как называется аналитический прием методологически обратный «равновесному концентрированию»?

1. «Анализ равновесного пара»
2. «Анализ неравновесного пара»
3. «Неравновесный анализ пара»
4. «Парциональный анализ»

113. Какой из четырех гелей следует выбрать для анализа и



фракционирования высокомолекулярных соединений с ММ $10^5 - 10^6$?

1. Гель А
2. Гель В
3. Гель С
4. Гель D

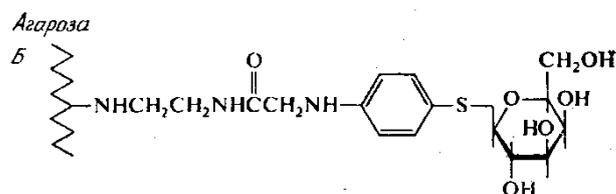
114. Какой из хлорированных метанов будет обладать наибольшей вытесняющей способностью с поверхности полярных сорбентов?

1. Хлористый метилен
2. Хлороформ
3. Четыреххлористый углерод

115. Укажите фамилию, имя, отчество доцента, преподававшего хроматографию в Дальневосточном государственном университете в 1994-2003 гг.:

1. Цвет Михаил Семенович
2. Калинов Сергей Михайлович
3. Мартин Анчер Дж.П.
4. Синг Ричард Л.П.

116. В каком хроматографическом процессе активные центры



неподвижной фазы построены следующим образом:

1. Гель-фильтрация
2. Гель-проникающая хроматография
3. Аффинная хроматография
4. Ионообменная хроматография

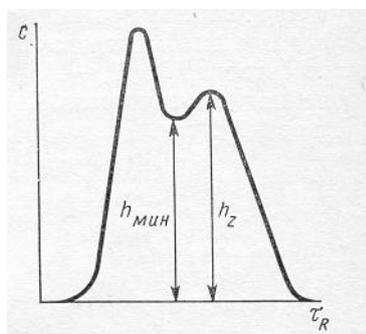
117. Какая из ниже приведенных карбоновых кислот будет обладать наибольшей вытесняющей способностью с поверхности полярных сорбентов (оксид алюминия, силикагель)?

1. Уксусная кислота
2. Пропионовая кислота
3. Масляная кислота
4. Валериановая кислота
5. Капроновая кислота

118. Можно ли методом газо-жидкостной хроматографии исследовать газообразные и твердые (кристаллические и аморфные) соединения?

1. Нельзя исследовать ни газообразные, ни твердые соединения
2. Газообразные можно исследовать, а твердые - нельзя
3. Можно исследовать любые газообразные вещества, а твердые – только легко летучие
4. Можно исследовать любые газообразные и твердые вещества

119. Какой из параметров хроматографического процесса описывается ниже приведенной хроматограммой и формулой: $\Psi = h_z - h_{\text{мин}} / h_z$?



1. Эффективность хроматографической системы
2. Селективность неподвижной фазы
3. Критерий разделения двух пиков
4. Степень разделения двух пиков

120. Какая из неподвижных фаз может быть использована для разделения смеси D- и L-аланинов?

1. Полиоксиметилен
2. Олигомерный полиэтилентерефталат
3. Цианоэтилсахароза
4. SE-30 (Метилсиликон)

КОМПЛЕКСЫ ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ТЕКУЩЕЙ АТТЕСТАЦИИ

Использование активных методов обучения при изучении курса
«Хроматография»

Активное обучение в лекционных занятиях

Варианты активного обучения могут быть использованы в лекционных занятиях. Это должны быть короткие задания, вопросы, которые обеспечивают взаимодействие преподавателя и студента, позволяют оценить степень понимания лекционного материала.

Использование методов активного обучения:

1. Перед началом лекции следует перечислить основные понятия и определения, которые будут рассмотрены далее. После завершения объяснения материала необходимо вернуться к списку и попросить проанализировать студентов, что было рассмотрено, а что осталось за пределами лекционного материала.

В конце лекции:

2. Предложить студентам сформулировать вопрос для зачета по материалам лекции, сравнить предложенные варианты.

3. Предложить студентам составить небольшое резюме по прочитанному материалу и затем обсудить их.

4. Предложить студентам написать, что в материалах лекции было самым непонятным моментом. Предложить объяснить это понятие другим студентам.

5. Предложить студентам обменяться теми записями, которые они составили, и найти ошибки в изложении.

6. Предложить представить логическую цепочку объяснения какого-либо понятия. Сравнить полученные цепочки.

7. Предложить студентам написать вопросы, на которые были даны ответы в лекции.

8. Стратегия десять-две:

Преподаватель предлагает новую информацию в течение 10 минут, затем останавливается на две минуты и предлагает студентам обменяться сложившимися у них понятиями на основе предложенного материала, заполнить возникшие пробелы в понимании информации путем общения между собой.

9. Студентам дается несколько минут для того, чтобы написать комментарии к лекции, которые преподаватель может использовать при подготовке к следующему занятию. Можно предложить следующие вопросы:

- Что было самым важным в предложенной лекции?
- Что было самым неожиданным?
- Что было самым интересным?
- Что было самым непонятным?

Вопросы для собеседования и темы для дискуссий
по дисциплине __Хроматография__

Раздел I. Классификация хроматографических методов.

Адсорбционная молекулярная и распределительная хроматография.

Тема 1. Введение. История метода. Классификация хроматографических методов. Аналитические и препаративные аспекты хроматографии. Возможности и значение метода.

1. *История развития метода хроматографии.*
2. *Физическая сущность метода хроматографии.*
3. *Классификация хроматографических методов.*
4. *Аналитический и препаративный аспекты хроматографии.*
5. *Краткая характеристика современного состояния хроматографии.*
6. *Возможности современных методов хроматографического разделения.*
7. *Значение и применение метода.*
8. *Когда и кем было открыто явление хроматографии?*
9. *Кто и когда разработал метод ТСХ и распределительной хроматографии?*
10. *Какие принципы лежат в основе классификации хроматографических методов?*
11. *В чем заключается сущность проявительной хроматографии?*
12. *В чем заключается сущность фронтальной хроматографии?*
13. *В чем заключается сущность вытеснительной хроматографии?*
14. *Где используются хроматографические методы?*

Тема 2. Адсорбционная молекулярная хроматография.

1. *Физико-химическая сущность адсорбционной молекулярной хроматографии. Уравнение Ленгмюра. Изотермы адсорбции и форма хроматографического пика.*
2. *Адсорбенты в адсорбционно-молекулярной хроматографии и требования, предъявляемые к ним.*
3. *Растворители в адсорбционно-молекулярной хроматографии и требования, предъявляемые к ним.*
4. *Аппаратура молекулярной адсорбционной хроматографии.*
5. *Краткая характеристика способов контроля за хроматографическим разделением.*

6. Что такое сорбция и десорбция?
7. Какие типы изотерм адсорбции вы знаете?
8. Что описывает уравнение Лэнгмюра?
9. Какие требования к сорбентам, применяемым в хроматографии?
10. Какие разновидности сорбентов применяются в адсорбционной хроматографии?
11. Какие требования к растворителям, применяемым в адсорбционной хроматографии?
12. Какие элюотропные ряды растворителей применяются в адсорбционной хроматографии?

Тема 3. Адсорбционная молекулярная тонкослойная хроматография.

1. *Основные постулаты молекулярной адсорбционной тонкослойной хроматографии.*
2. *Основная терминология в методе ТСХ.*
3. *Адсорбенты в тонкослойной адсорбционной молекулярной хроматографии и требования, предъявляемые к ним.*
4. *Растворители в тонкослойной адсорбционной молекулярной хроматографии и требования, предъявляемые к ним.*
5. *Методология применения ТСХ.*
6. *Непрерывная, двумерная и многократная ТСХ, случаи применения.*
7. *Способы обнаружения веществ на хроматограмме.*
8. Что такое ТСХ?
9. Перечислите постулаты теории ТСХ?
10. Что означают величины R_f , N , H ?
11. Какие требования к сорбентам, применяемым в ТСХ?
12. Какие разновидности сорбентов применяются в ТСХ?
13. В каких случаях применяется многократная, двумерная ТСХ?
14. Какие способы обнаружения пятен на ТСХ вы знаете?
15. *Сущность метода распределительной жидкость-жидкостной хроматографии.*
16. *Типы хроматографической бумаги.*
17. *Аппаратура и приемы работы в хроматографии на бумаге.*
18. *Варианты метода: восходящая хроматография, нисходящая, восходяще-нисходящая, горизонтальная, радиальная, круговая, электрофоретическая бумажная хроматография.*

19. *Метод обращенной фазы в бумажной хроматографии. Подвижные фазы.*

20. *Расшифровка хроматограмм и определение количественного состава смеси, разделенной на бумаге.*

21. *Способы обнаружения веществ на хроматограмме.*

22. В чем состоит сущность жидкость-жидкостной распределительной хроматографии?

23. В чем преимущества метода бумажной распределительной хроматографии?

24. Какими рабочими характеристиками должна обладать бумага для хроматографии?

25. Какие требования к растворителям, применяемым в бумажной хроматографии?

26. Как проявляют пятна в бумажной хроматографии?

27. Как использовать бумажную хроматографию в количественном анализе?

Раздел II. Газо-жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография.

Тема 1. Газо-жидкостная хроматография.

1. *Сущность метода газо-жидкостной хроматографии.*

2. *Аппаратура для ГЖХ. Блок-схема прибора.*

3. *Аппаратура и приемы работы в хроматографии на бумаге.*

4. *Как осуществляется подача газа-носителя?*

5. *Устройство дозатора (инжектора).*

6. *Хроматографические колонки. Термостат.*

7. *Детекторы в ГЖХ.*

8. *Эффективность и селективность хроматографического разделения.*

9. *Уравнение Ван-Деемтера.*

10. *Критерий и степень разделения.*

11. *Требования к неподвижным фазам.*

12. *Природа неподвижной фазы (классификация Роршайндера).*

13. *Суперселективные неподвижные фазы.*

14. *Качественный и количественный анализ в ГЖХ. Индексы Ковача.*

15. *Анализ лабильных и нелетучих соединений методом ГЖХ.*

16. *Сущность реакционной газовой хроматографии.*

17. В чем состоит сущность газо-жидкостной хроматографии?

18. Из каких блоков состоит любой ГЖ хроматограф?

19. Какие детекторы используются в методе ГЖХ?
20. Преимущества и недостатки катарометра?
21. Для чего используется ПИД?
22. В каких случаях используется термоионный, пламенно-фотометрический, гелиевый, электронозахватный детекторы?
23. Что означают факторы «эффективность» и «селективность» в ГЖХ?
24. Что описывает уравнение Ван-Деемтера?
25. Какие факторы входят в уравнение Ван-Деемтера?
26. Какие требования к неподвижным фазам в методе ГЖХ?
27. Какие методы нанесения неподвижной фазы в колонках метода ГЖХ вы знаете?
28. Для чего используются индексы Ковача?

Тема 2. Высокоэффективная жидкостная хроматография.

Хроматография на оптически активных фазах.

1. *Сущность метода высокоэффективной жидкостной хроматографии.*
2. *Аппаратура для ВЭЖХ. Блок-схема прибора.*
3. *Требования, предъявляемые к подвижным и неподвижным фазам в ВЭЖХ.*
4. *Уравнение Ван-Деемтера в высокоэффективной жидкостной хроматографии.*
5. *Детекторы в ВЭЖХ.*
6. *Прямое разделение энантиомеров хроматографией на хиральных неподвижных фазах.*
7. *Природные и синтетические оптически активные неподвижные фазы.*
Детектирование оптически активных соединений, поляриметр.
8. В чем сущность метода ВЭЖХ?
9. Как выглядит уравнение Ван-Деемтера для ВЭЖХ?
10. Какие требования к неподвижным и подвижным фазам в методе ВЭЖХ?
11. Какие фазы называются поверхностно-взаимодействующими?
12. Что такое «нормальные» и «обращенные» фазы?
13. В чем состоит основная проблема элюирования в ВЭЖХ?
14. Какие методы используют для решения этой проблемы?
15. Из чего состоит блок-схема прибора ВЭЖХ?
16. В чем трудность хроматографического разделения энантиомеров?

17. Что означает «степень хирального распознавания»?
18. Разновидности хиральных неподвижных фаз?
19. В чем состоит сущность лигандообменной хроматографии?

Тема 3. Препаративный аспект ГЖХ и ВЭЖХ.

1. *В чем цели аналитического и препаративного разделения?*
2. *В чем состоит схема планирования препаративного деления.*
3. *Степень разделения в препаративной ВЭЖХ.*
4. *Основные приемы оптимизации деления.*
5. *В чем состоит циркуляционный метод?*
6. *Методы повышения производительности препаративных колонок.*
7. *Импульсный режим препаративного деления.*
8. В чем состоит разница в целях и методологии аналитической ВЭЖХ и препаративной?
9. Как выглядит уравнение схема планирования препаративного разделения?
10. Какая степень разделения достаточна для аналитической и препаративной хроматографии?
11. Как отличаются основные параметры разделения в аналитической и препаративной хроматографии?
12. В чем состоят основные приемы оптимизации препаративного разделения?
13. В чем состоит метод рецикла?
14. В чем состоит метод фронтального вытеснения?
15. В чем состоит метод импульсного режима?

Раздел III. Прочие хроматографические методы.

Тема 1. Ион-обменная хроматография.

1. *Теория ионного обмена.*
2. *Структура и классификация ионитов.*
3. *Обменная емкость ионитов.*
4. *Селективность ионного обмена.*
5. *Константа ионного обмена, коэффициент распределения, коэффициент разделения.*
6. *Методы ионообменной хроматографии.*
7. В чем состоит сущность ионообменной хроматографии?
8. Что такое катиониты и аниониты?
9. В чем заключается ионообменное равновесие?

10. Как выглядит изотерма ионного обмена?
11. Какие методы ионообменной хроматографии вы знаете?
12. Что такое обменная емкость ионитов?
13. Где применяют ионообменную хроматографию?

Тема 2. Гель-хроматография.

1. *Принцип гель-хроматографии.*
2. *Объемные соотношения в слое геля.*
3. *Мягкие, полужесткие и жесткие гели.*
4. *Требования к растворителям в гель-хроматографии.*
5. *Калибровочные кривые гель-процесса: исключение, селективное проникание, полное проникание.*
6. *Максимальная пиковая емкость гель-процесса.*
7. В чем состоит основное предназначение гель-хроматографии?
8. Какой участок калибровочной кривой называется «исключение», «селективное» и «полное проникновение»?
9. Какие гели используются в гель-хроматографии?
10. Какие растворители используются в гель-хроматографии?
11. Какие виды гель-хроматографии вы знаете?
12. Где используется гель-хроматография?

Тема 3. Афинная хроматография и прочие хроматографические методы.

1. *Краткая характеристика газовой, афинной, лигандообменной афинной, гидрофобной, ковалентной и осадочной хроматографий.*
2. *Хроматография при сверхкритических состояниях подвижной фазы.*
3. *Гидродинамическая хроматография.*
4. В чем сущность афинной хроматографии?
5. Что используют в качестве носителя в афинной хроматографии?
6. Что является неподвижной фазой в афинной хроматографии?
7. В чем сущность гидрофобной хроматографии?
8. В чем сущность ковалентной хроматографии?
9. В чем сущность лигандообменной афинной хроматографии?

Раздел IV. Прикладные хроматографические методы.

Тема 1. Хроматографические методы анализа окружающей среды.

1. *Объекты окружающей среды и их основные загрязнения.*

2. Способы концентрирования анализируемых объектов (абсорбция, криогенные методы концентрирования, твердофазная экстракция).

3. Десорбция примесей из сорбента.

4. Токсичные вещества воздуха, определяемые методом газовой хроматографии (оксиды углерода, галогены и их производные, соединения азота, серы и фосфора, низкокипящие углеводороды, ароматические углеводороды, полиароматические углеводороды - ПАУ, фреоны, галогенуглеводороды и др.).

5. Сравнительный анализ хроматографических и иных (спектральных, электрохимических) методов анализа по чувствительности, воспроизводимости, экспрессивности и другим критериям в анализе загрязнений окружающей среды.

6. В чем состоит сложность анализа объектов окружающей среды?

7. Какие способы концентрирования вы знаете?

8. Что означает метод равновесного концентрирования?

9. Какие основные методы десорбции вы знаете?

10. Какими методами можно определять токсические примеси воздуха?

11. Какими методами можно определять токсические примеси в воде?

Тема 2. Хроматографические методы, основанные на анализе равновесного пара. Реакционная газовая хроматография.

1. Основные принципы АРП и родственных методов.

2. Количественные определения в методе АРП (методы "абсолютной калибровки" и "внутреннего стандарта").

3. Многократная газовая экстракция.

4. Динамические варианты метода АРП.

5. Непрерывная газовая экстракция.

6. АРП с использованием летучих растворителей.

7. В чем состоит сущность метода АРП?

8. Каковы достоинства метода?

9. Основные принципы метода АРП?

10. Как используют метод АРП в количественном анализе?

11. В чем сущность метода многократной газовой экстракции?

12. В чем сущность метода непрерывной газовой экстракции?

13. Какие способы повышения чувствительности метода парофазного анализа вы знаете?

Тема 3. Хромато-масс-спектрометрия. Анализ нефтепродуктов хроматографическими методами.

1. Концепция "характеризующих детекторов" (ГХ/МС, ГХ/ИКФС и ГХ/АЭС).
2. Блок-схема хроматографа с детектором масс. Различные типы детекторов масс ("ионная ловушка", масс-селективный детектор).
3. Методы проведения анализа (сканирование, селективный ионный мониторинг - SIM).
4. Методы пробоподготовки при ГХ/МС анализе. Примеры отдельных методик.
5. Геохимия: типизация нефтей с помощью ГЖХ.
6. Обнаружение месторождений по содержанию простейших ароматических соединений в пластовых водах.
7. Определение качественных показателей нефтепродуктов (октановые и цетановые числа, фракционный состав упругость паров и др.) с помощью "имитированной хромадистилляции".
8. Контроль загрязнения окружающей среды нефтепродуктами. Определение конкретных виновников загрязнения.
9. Анализ газов, растворенных в трансформаторных маслах.
10. В чем сущность метода масс-спектрометрии?
11. В чем преимущества метода масс-спектрометрии?
12. Из чего состоит хроматомасс-спектрометр?
13. Какая пробоподготовка требуется для метода хроматомасс-спектрометрии?
14. Где используется хроматомасс-спектрометрия?
15. Какие задачи по анализу нефтепродуктов можно решать с помощью хроматографических методов?

Тема 4. Хроматографические методы в клинической токсикологии и медицинской диагностике. Различные аспекты использования хроматографических методов в промышленности.

1. Методы обнаружения этилового спирта в крови. Отравления метиловым спиртом и спиртами сивушных масел.
2. Отравления фосфорорганическими инсектицидами. Отравления лакокрасочными материалами. Острые медикаментозные отравления.
3. Терапевтические, токсические и летальные концентрации некоторых лекарственных средств и иных химических соединений.
4. Фармакинетические методы в клинической токсикологии. Определение содержания карбоксигемоглобина в крови.

5. *Концепция метаболических изменений. Органические летучие вещества при различных заболеваниях (диабет, респираторные инфекции, почечная недостаточность и др.).*

6. *Концепция метаболических изменений. Органические летучие вещества при различных заболеваниях (диабет, респираторные инфекции, почечная недостаточность и др.).*

7. *Определение качественных показателей нефтепродуктов (октановые и цетановые числа, фракционный состав упругость паров и др.) с помощью "имитированной хроматистилляции".*

8. *Метод АРП в микробиологии и медицинской диагностике.*

9. *Жидкостная хроматография нуклеиновых кислот и липополисахаридов.*

**Методические рекомендации, определяющие процедуры
оценивания результатов освоения дисциплины при текущей проверке**

Оценка устных ответов:

Отметка "Отлично"

1. Дан полный и правильный ответ на основе изученных теорий.
2. Материал понят и изучен.
3. Материал изложен в определенной логической последовательности, литературным языком.
4. Ответ самостоятельный.

Отметка "Хорошо"

- 1, 2, 3, 4 – аналогично отметке "Отлично".
5. Допущены 2-3 несущественные ошибки, исправленные по требованию учителя, наблюдалась "шероховатость" в изложении материала.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Учебный материал, в основном, изложен полно, но при этом допущены 1-2 существенные ошибки (например, неумение применять законы и теории к объяснению новых фактов).
2. Ответ неполный, хотя и соответствует требуемой глубине, построен несвязно.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Незнание или непонимание большей или наиболее существенной части учебного материала.
2. Допущены существенные ошибки, которые не исправляются после уточняющих вопросов, материал изложен несвязно.

II. Оценка умения решать задачи:

Отметка "Отлично"

1. В решении и объяснении нет ошибок.
2. Ход решения рациональный.
3. Если необходимо, решение произведено несколькими способами.
4. Допущены ошибки по невнимательности (оговорки, описки).

Отметка "Хорошо"

1. Существенных ошибок нет.
2. Допущены 1-2 несущественные ошибки или неполное объяснение, или использование 1 способа при заданных нескольких.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Допущено не более одной существенной ошибки, записи неполны, неточности.
2. Решение выполнено с ошибками в математических расчетах.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Решение осуществлено только с помощью учителя.
2. Допущены существенные ошибки.
3. Решение и объяснение построены не верно.

Ш. Оценка письменных работ:

Критерии те же. Из оценок за каждый вопрос выводится средняя итоговая оценка за письменную работу.