

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Смирнов Сергей Николаевич
Должность: врио ректора
Дата подписания: 28.09.2023 14:30:59
Уникальный программный ключ:
69e375c64f7e975d4e8830e7b4fcc2ad1bf35f08

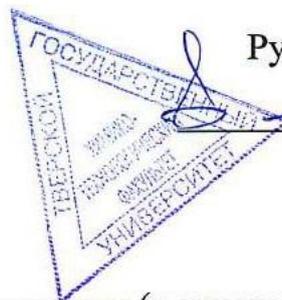
Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»

Утверждаю:

Руководитель ООП

Феофанова М.А.

27 июня 2023 г



Рабочая программа дисциплины (с аннотацией)

Хроматографический метод анализа

Специальность

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Специализация

Химия функциональных материалов

Для студентов 4 курса очной формы обучения

Составитель: к.х.н., доцент Феофанова М.А.

Тверь, 2023

I. Аннотация

1. Цель и задачи дисциплины:

Цель дисциплины: подготовка специалистов, владеющих теоретическими основами и практическими приемами хроматографического метода анализа. Хроматография является одними из наиболее распространенных методов анализа. Достоинствами этого метода являются высокая селективность и чувствительность, а также достаточно высокая точность определения. Хроматография с успехом применяется не только в химии и биологии, но и во многих других областях науки и техники.

Перечисленные достоинства определяют их значительную роль хроматографии в подготовке высококвалифицированных специалистов в области аналитической химии. Этот метод является существенным разделом общеобразовательной подготовки бакалавров.

Задачи освоения дисциплины: подготовка студентов, умеющими реализовать возможности, заложенные в аппаратуру для проведения хроматографии, умеющих реализовать уже разработанные методики этого вида анализа и разрабатывать новые методики.

2. Место дисциплины в структуре ООП

Учебная дисциплина «Хроматографический метод анализа» входит в Элективные дисциплины 2 Части, формируемой участниками образовательных отношений Блока 1. «Дисциплины» учебного плана. Дисциплина «Хроматографический метод анализа» закладывает знания для подготовки выпускной работы, производственной практики. Дисциплина непосредственно связана с дисциплинами «Неорганическая химия», «Аналитическая химия», «Физическая химия». Хроматографический метод с успехом применяются не только в химии и биологии, но и во многих других областях науки и техники.

3. Объем дисциплины: 5 зачетных единиц, 180 академических часов, в том числе:

контактная аудиторная работа: лекции **36** часов, лабораторные работы **36** часов, в т.ч. практическая подготовка **36** часов;

самостоятельная работа: **72** часов, контроль **36** часов.

4. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Планируемые результаты освоения образовательной программы (формируемые компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине
--	--

<p>ПК-1 Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации</p>	<p>ПК-1.1 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР</p> <p>ПК-1.2 Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР</p> <p>ПК-1.3 Готовит объекты исследования</p>
<p>ПК-2 Способен оказывать информационную поддержку специалистам, осуществляющим научно-исследовательские работы</p>	<p>ПК-2.1 Проводит первичный поиск информации по заданной тематике (в т.ч., с использованием патентных баз данных)</p> <p>ПК-2.2 Анализирует и обобщает результаты патентного поиска по тематике проекта в выбранной области химии (химической технологии)</p>

5. Форма промежуточной аттестации и семестр прохождения:
экзамен в 7-м семестре.

6. Язык преподавания русский.

II. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий

Учебная программа – наименование разделов и тем	Всего (час.)	Контактная работа (час.)		Контроль самостоятельной работы	Самостоятельная работа (час.)	Контроль
		Лекции	Практические (лабораторные) работы			
1. Введение	1	1				
2. Бумажная хроматография	30	4	4	6	8	8
3 Тонкослойная хроматография...	57	11	8	14	16	8
4. Колоночная хроматография.	92	18	22	20	21	11
Итого	180	34	34	40	45	27

III. Образовательные технологии

Учебная программа – наименование разделов и тем (в строгом соответствии с разделом II РПД)	Вид занятия	Образовательные технологии
1. Введение	Лекция,	Лекция, дискуссия, активизация творческой деятельности
2. Бумажная хроматография	Лекция, лабораторная работа в химической лаборатории	Лекция, дискуссия, активизация творческой деятельности, метод малых групп, подготовка и реализация лабораторных работ и интерпретация результатов
3 Тонкослойная хроматография...	Лекция, лабораторная работа в химической лаборатории	Лекция, дискуссия, активизация творческой деятельности, метод малых групп, подготовка и реализация лабораторных работ и интерпретация результатов
4. Колоночная хроматография.		

IV. Оценочные материалы для проведения текущей и промежуточной аттестации

Типовые контрольные задания для проверки уровня сформированности компетенции ПК-1

Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации

Этап формирования компетенции, в котором участвует дисциплина	Типовые контрольные задания для оценки знаний, умений, навыков (2-3 примера)	Показатели и критерии оценивания компетенции, шкала оценивания

<p>ПК-1.3 Готовит объекты исследования</p>	<p>1. Для хроматографического определения никеля на бумаге, пропитанной раствором диметилглиоксима, приготовили три стандартных раствора. Для этого навеску $0,2480 \text{ NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворили в мерной колбе на 50 мл. Затем из этой колбы взяли 5,0; 10,0 и 20,0 мл и разбавили в колбах на 50 мл. Исследуемый раствор также разбавили в мерной колбе на 50 мл.</p> <p>Постройте калибровочный график в координатах $h - C_{\text{Ni}}$ и определите содержание никеля (мг) в исследуемом растворе, если высота пиков стандартных растворов равна $h_1 = 25,5$; $h_2 = 37,5$; $h_3 = 61,3$, а высота пика исследуемого раствора равна $h_x = 49,0$ мм.</p> <p>2.</p> <p>Рассчитать массовую долю динитробензола и бензола в смеси по следующим данным, полученным при газохроматографическом определении:</p> <table border="1" data-bbox="469 925 1246 1039"> <tr> <td></td> <td>динитробензол</td> </tr> <tr> <td>Площадь пика, мм²</td> <td>305</td> </tr> <tr> <td>Поправочный коэффициент</td> <td>1.22</td> </tr> </table> <p>3.</p> <p>При определении метилэтилкетона в 15.2600 г смеси методом газожидкостной хроматографии в качестве внутреннего стандарта использовали ацетон в количестве 1.0900 г. Определить массовую долю (%) метилэтилкетона по следующим опытными данным:</p> <table border="1" data-bbox="469 1480 1246 1594"> <tr> <td>Компонент</td> <td>Метилэтилкетон</td> </tr> <tr> <td>Площадь пика, мм²</td> <td>108</td> </tr> <tr> <td>Поправочный коэффициент</td> <td>1.79</td> </tr> </table>		динитробензол	Площадь пика, мм ²	305	Поправочный коэффициент	1.22	Компонент	Метилэтилкетон	Площадь пика, мм ²	108	Поправочный коэффициент	1.79	<p>Правильно выбран вариант ответа – 1 балл Тест из 3 заданий: 1 балл – «3», 2 балла – «4», 3 балла – «5»</p>
	динитробензол													
Площадь пика, мм ²	305													
Поправочный коэффициент	1.22													
Компонент	Метилэтилкетон													
Площадь пика, мм ²	108													
Поправочный коэффициент	1.79													

Типовые контрольные задания для проверки уровня сформированности компетенции ПК-2

Способен оказывать информационную поддержку специалистам, осуществляющим научно-исследовательские работы

<p>Этап формирования компетенции, в</p>	<p>Типовые контрольные задания для оценки знаний, умений, навыков (2-3 примера)</p>	<p>Показатели и критерии оценивания</p>
---	---	---

котором участвует дисциплина		компетенции, шкала оценивания						
<p>ПК-2.1 Проводит первичный поиск информации по заданной тематике (в т.ч., с использованием патентных баз данных)</p> <p>ПК-2.2 Анализирует и обобщает результаты патентного поиска по тематике проекта в выбранной области химии (химической технологии)</p>	<p>1. Для хроматографического определения никеля на бумаге, пропитанной раствором диметилглиоксима, приготовили три стандартных раствора. Для этого навеску 0,2480 NiCl₂ · 6H₂O растворили в мерной колбе на 50 мл. Затем из этой колбы взяли 5,0; 10,0 и 20,0 мл и разбавили в колбах на 50 мл. Исследуемый раствор также разбавили в мерной колбе на 50 мл. Постройте калибровочный график в Excel в координатах $h - C_{Ni}$. найдите аппроксимирующую функцию и определите содержание никеля (мг) в исследуемом растворе, если высота пиков стандартных растворов равна $h_1 = 25,5$; $h_2 = 37,5$; $h_3 = 61,3$, а высота пика исследуемого раствора равна $h_x = 49,0$ мм.</p> <p>2.</p> <p>При газохроматографическом определении этанола методом абсолютной калибровки были получены следующие данные:</p> <table border="1" data-bbox="523 1070 1187 1149"> <tr> <td>Количество спирта, мг</td> <td>0.20</td> <td>0.40</td> </tr> <tr> <td>Высота пика, мм</td> <td>18</td> <td>37</td> </tr> </table> <p>Для 0.02 мл исследуемого раствора был получен пик высотой 70 мм. Постройте калибровочный график в Excel в. найдите аппроксимирующую функцию и определите содержание этанола.</p>	Количество спирта, мг	0.20	0.40	Высота пика, мм	18	37	<p>Имеется полное верное решение, включающее правильный ответ – 3 балла; Дано верное решение, но допущены несущественные фактические ошибки, не искажающие общего смысла – 2 балла; • Имеется верное решение только части задания – 1 балл. 1 балл – «3» 2 балла – «4» 3 балла – «5»</p>
Количество спирта, мг	0.20	0.40						
Высота пика, мм	18	37						
<p>ПК-2.2 Анализирует и обобщает результаты патентного поиска по тематике проекта в выбранной области химии (химической технологии)</p>	<p>1. Определить длину хроматографической колонки, если время удерживания одного из компонентов равно 2 мин., а полуширина пика – 3 мм. Скорость движения диаграммной ленты – 720 мм/ч. Высота, эквивалентная теоретической тарелке, равна 3 мм. Как изменится полуширина пика, если длину колонки уменьшить в 2 раза?</p> <p>2. Определяемое соединение элюируется из колонки, имеющей 1000 т.т.. Расстояние удерживания этого компонента на хроматограмме составляет 20 мм. Условия хроматографирования несколько изменились и расстояние удерживания увеличилось до 60 мм. Рассчитать полуширину хроматографического пика в обоих случаях. Как изменится количество Т.Т., если длину колонки уменьшить в 2 раза?</p>	<p>Имеется полное верное решение, включающее правильный ответ – 3 балла; Дано верное решение, но допущены несущественные фактические ошибки, не искажающие общего смысла – 2 балла; • Имеется верное решение только части задания – 1 балл. 1 балл – «3» 2 балла – «4» 3 балла – «5»</p>						

--	--	--

V. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

а) Основная литература:

Хенке Х. Жидкостная хроматография [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Хенке Х.— Электрон. текстовые данные.— М.: Техносфера, 2009.— 264 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/12724.html>.— Доступ по паролю регистрации

б) Дополнительная литература:

Серов Ю.М. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Серов Ю.М., Конюхов В.Ю., Крюков А.Ю.— Электрон. текстовые данные.— М.: Российский университет дружбы народов, 2011.— 220 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/11544.html>.— Доступ по паролю регистрации

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины

1. <http://www.xumuk.ru/>
2. <http://nehudlit.ru/books/subcat283.html>
3. http://www.krugosvet.ru/enc/nauka_i_tehnika/himiya/BIOHIMIYA.html
4. <http://elibrary.ru/>
5. <http://www.medbook.net.ru/23.shtml>
<http://www.chem.msu.su/rus/teaching/kolman/index.htm>

VI. Методические материалы для обучающихся по освоению дисциплины

Перечень лабораторных работ

Наименование темы	Наименование лабораторной работы
Бумажная хроматография	1. Освоение методов проведения бумажной хроматографии 2. Качественный анализ смеси аминокислот
Тонкослойная хроматография (ТСХ)	3. Освоение методов проведения ТСХ на незакрепленном слое. 4. Освоение методов проведения ТСХ на закрепленном слое 5. Качественный и количественный анализ смеси аминокислот методом ТСХ на закрепленном слое

Колоночная хроматография	6. Освоение правил работы на газо-жидкостном хроматографе. 7. Оптимизация температуры колонки и скорости газа носителя для газо-жидкостного анализа смеси алифатических спиртов 8. Качественный анализ смеси алифатических спиртов 9. Количественный анализ смеси алифатических спиртов
--------------------------	--

Учебная программа дисциплины

Классификация методов разделения и концентрирования, их сравнительная характеристика. Хроматография как важнейший метод разделения и концентрирования.

Бумажная хроматография. Требования к применяемой бумаге и пробе вещества, способы ее нанесения. Подача подвижной фазы. Понятие R_f . Двумерная хроматография. Расшифровка хроматограмм. Качественный и количественный анализ. Области применения бумажной хроматографии. Критерий эффективности разделений; понятия ВЭТТ, разделительная способность.

Тонкослойная хроматография. Основные варианты метода. Способы приготовления и подготовки материалов для проведения тонкослойной хроматографии. Получение хроматограмм. Выбор оптимального подвижного растворителя и неподвижной фазы.

Колоночная хроматография. Хроматографическая колонка; назначение, основные требования, способы заполнения и ввода пробы.

Способы подачи подвижного растворителя и используемое для этого оборудование.

Детекторы, используемые для жидкостной хроматографии; назначение, принципы работы, устройство, основные характеристики.

Газо-жидкостная хроматография. Основные узлы газового хроматографа; их назначение; принципы работы, устройство. Твердые носители для газо-жидкостной хроматографии, влияние их параметров на эффективность процесса. Оптимизация хроматографического процесса, оценка эффективности колонки; понятия ВЭТТ и степень разделения.

Качественный анализ в газовой хроматографии. Задачи, основные характеристики хроматограмм, используемые при решении задач качественного анализа.

Количественный анализ в газовой хроматографии. Задачи количественного анализа, основные количественные закономерности хроматографии. Основные методы количественного анализа и их сравнительная характеристика.

Программа итогового экзамена

Классификация методов разделения и концентрирования, их сравнительная характеристика. Хроматография как важнейший метод разделения и концентрирования.

Бумажная хроматография. Требования к применяемой бумаге и пробе вещества, способы ее нанесения. Подача подвижной фазы. Понятие R_f. Двумерная хроматография. Расшифровка хроматограмм. Качественный и количественный анализ. Области применения бумажной хроматографии. Критерий эффективности разделений; понятия ВЭТТ, разделительная способность.

Тонкослойная хроматография. Основные варианты метода. Способы приготовления и подготовки материалов для проведения тонкослойной хроматографии. Получение хроматограмм. Выбор оптимального подвижного растворителя и неподвижной фазы.

Колоночная хроматография. Хроматографическая колонка, назначение, основные требования, способы заполнения и ввода пробы.

Способы подачи подвижного растворителя и используемое для этого оборудование.

Детекторы, используемые для жидкостной хроматографии; назначение, принципы работы, устройство, основные характеристики.

Газо-жидкостная хроматография. Основные узлы газового хроматографа; их назначение; принципы работы, устройство. Твердые носители для газо-жидкостной хроматографии, влияние их параметров на эффективность процесса. Оптимизация хроматографического процесса, оценка эффективности колонки; понятия ВЭТТ и степень разделения.

Качественный анализ в газовой хроматографии. Задачи, основные характеристики хроматограмм, используемые при решении задач качественного анализа.

Количественный анализ в газовой хроматографии. Задачи количественного анализа, основные количественные закономерности хроматографии. Основные методы количественного анализа и их сравнительная характеристика.

Требования к рейтинг-контролю

Лабораторная работа №1

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **3 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **1 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Решение задачи на тему данной лабораторной работы – **1 балл**

Лабораторная работа №2

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **3 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **1 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Решение задачи на тему данной лабораторной работы – **1 балл**

Лабораторная работа №3

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **3 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **1 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Решение задачи на тему данной лабораторной работы – **1 балл**

Лабораторная работа №4

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **3 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **1 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Решение задачи на тему данной лабораторной работы – **1 балл**

Лабораторная работа №5

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **3 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **1 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Решение задачи на тему данной лабораторной работы – **1 балл**

Первая контрольная точка 30

баллов

2 МОДУЛЬ

Лабораторная работа №6

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **3 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **1 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Лабораторная работа №7

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **3 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **1 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Лабораторная работа №8

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **4 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **3 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**1 балл**

Решение задачи на тему данной лабораторной работы – **1 балл**

Премияльные баллы за качество и творческий подход при выполнении лабораторной работы – **1 балл**

Лабораторная работа №9

Выполнение практической (экспериментальной) задачи – **4 балла**

Объяснение теоретических основ данной работы – **2 балла**

Собеседование по одному из заданий для самостоятельной работы -**2 балл**

Решение задачи на тему данной лабораторной работы – **1 балл**

Премияльные баллы за качество и творческий подход при выполнении лабораторной работы – **1 балл**

Вторая контрольная точка **30**

баллов

Экзамен – итоговое тестирование по теме **40 баллов**

Итого за семестр **100 баллов**

Примечание: если не выполнена экспериментальная часть лабораторной работы, то лабораторная работа не может быть зачтена и зачет по данной дисциплине за триместр не выставляется

VII. Материально-техническое обеспечение

1. Набор для тонкослойной хроматографии
2. Набор для бумажной хроматографии
3. Газо-жидкостной хроматограф с катарометром либо ионизационно-пламенным детектором
4. Жидкостной хроматограф
5. Видеоденситометр
6. Набор подвижных и стационарных фаз для хроматографии
7. Химическая посуда и реактивы
8. Дозаторы, микрошприцы
9. Компьютеры с ПО для обработки результатов хроматографии.

VIII. Сведения об обновлении рабочей программы дисциплины

№п.п.	Обновленный раздел рабочей программы дисциплины	Описание внесенных изменений	Реквизиты документа, утвердившего изменения
1.	Раздел I Аннотация.	Измены часы лекций и практических занятий согласно учебному плану на 2021-2022 уч. год	Протокол №11 от 28.04.21г. заседания ученого совета химико-технологического факультета
2.	Раздел V. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины	Дополнен список основной и дополнительной литературы	Протокол №11 от 28.04.21г. заседания ученого совета химико-технологического факультета