

**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**

**Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования "Пермский  
государственный национальный исследовательский  
университет"**

**Кафедра физической химии**

Авторы-составители: **Щуров Юрий Александрович  
Шеин Анатолий Борисович  
Васянин Александр Николаевич**

Рабочая программа дисциплины  
**ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ**  
Код УМК 23353

Утверждено  
Протокол №6  
от «14» мая 2020 г.

Пермь, 2020

## **1. Наименование дисциплины**

Высокоэффективная хроматография

## **2. Место дисциплины в структуре образовательной программы**

Дисциплина входит в базовую часть Блока « М.1 » образовательной программы по направлениям подготовки (специальностям):

Направление подготовки: **04.04.01** Химия

направленность Химия, физика и механика материалов

### **3. Планируемые результаты обучения по дисциплине**

В результате освоения дисциплины **Высокоэффективная хроматография** у обучающегося должны быть сформированы следующие компетенции:

**04.04.01** Химия (направленность : Химия, физика и механика материалов)

**ПК.2** Способен планировать работу и выбирать методы решения поставленных задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках

#### **Индикаторы**

**ПК.2.2** Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов, готовит объекты, оборудование и реактивы исследования

#### 4. Объем и содержание дисциплины

<b>Направление подготовки</b>	04.04.01 Химия (направленность: Химия, физика и механика материалов)
<b>форма обучения</b>	очная
<b>№№ триместров, выделенных для изучения дисциплины</b>	4
<b>Объем дисциплины (з.е.)</b>	3
<b>Объем дисциплины (ак.час.)</b>	108
<b>Контактная работа с преподавателем (ак.час.), в том числе:</b>	36
<b>Проведение лекционных занятий</b>	24
<b>Проведение лабораторных работ, занятий по иностранному языку</b>	12
<b>Самостоятельная работа (ак.час.)</b>	72
<b>Формы текущего контроля</b>	Входное тестирование (1) Итоговое контрольное мероприятие (1) Письменное контрольное мероприятие (3)
<b>Формы промежуточной аттестации</b>	Экзамен (4 триместр)

## 5. Аннотированное описание содержания разделов и тем дисциплины

### Высокоэффективная хроматография. Первый семестр

#### Введение. Входной контроль

Обзор курса. Входной контроль

#### Высокоэффективная газовая хроматография

**Особенности, преимущества, теория капиллярной хроматографии. Уравнение Голя. Типы капиллярных колонок, изготовление, условия эксплуатации. Традиционные НЖФ, используемые в полых капиллярных колонках.**

Высокоэффективная газовая хроматография, этапы развития, особенности и преимущества. Теория капиллярной хроматографии. Явление динамической диффузии, вывод уравнения Голя. Оптимальная скорость газа носителя. Число разделений как мера оценки эффективности работы колонки.

Установка для вытягивания кварцевых капилляров, нанесение внешних защитных покрытий из полиимида и алюминия. Типы капиллярных колонок. Открытые капиллярные колонки (ОКК, межд. WKOT-колонки). Традиционные неподвижные жидкие фазы, используемые в полых капиллярных колонках; поперечно-сшитые и привитые фазы и их устойчивость. Открытые капиллярные колонки с пористым слоем (ОКК ПС, межд. PLOT-колонки). Открытые капиллярные колонки с твердым носителем (ОКК ТН, межд. SKOT-колонки). Микронасадочные капиллярные колонки. Выбор и оценка работы капиллярной колонки, кондиционирование, эксплуатация и хранение колонки.

**Качественный и количественный анализ в капиллярной хроматографии. Ввод пробы в колонку с делением потока. Дискриминация пробы, причины, способы борьбы с ней Ввод пробы в колонку без деления потока. Размывание исходной зоны, его подавление**

Содержание темы.

Особенности ввода пробы в капиллярной хроматографии. Ввод пробы с делением потока, устройство делителей потока. Дискриминация пробы и ее причины. Быстрый ввод пробы горячей иглой. Ввод пробы охлажденной иглой. Автоматизированный ввод пробы.

Ввод пробы в колонку без деления потока; устройство ввода с обдувом мембраны. Размывание исходной зоны во времени; подавление размывания пробы путем фокусирования растворителем или термического фокусирования (“холодного улавливания”). Явление размывания зон в пространстве; эффект фокусирования с использованием пустого капилляра. Рекомендации по вводу проб без деления потока.

Ввод пробы непосредственно в капиллярную колонку, устройство холодного ввода пробы в колонку. Изолирующий клапан типа “утиный нос”. Преимущества непосредственного ввода пробы в колонку. Влияние сродства растворителя к неподвижной жидкой фазе на размывание исходных зон в пространстве. Рекомендации по непосредственному вводу пробы в колонку.

Прямой ввод пробы в колонку. Ввод пробы с программированием температуры испарителя; холодный ввод пробы с делением и без деления потока. Ввод пробы с удалением растворителя.

**Основные типы детекторов, применяемые в газовой капиллярной хроматографии, и особенности их устройства, чувствительность и оптимальные условия эксплуатации. Гибридные методы в капиллярной газовой хроматографии.**

Содержание темы

Основные типы детекторов, применяемые в газовой капиллярной хроматографии, и особенности их устройства, чувствительность и оптимальные условия эксплуатации.

Гибридные методы в капиллярной газовой хроматографии. Хромато-масс-спектрометрия (ХМС), ее возможности, преимущества и применение. Масс-спектр. Устройство масс-спектрометрического детектора (ионный источник, квадрупольный анализатор масс, детектор). Интерфейс системы газовой

хроматограф - масс-спектрометр (мембраны из силиконовой резины, эффузионные трубки, молекулярный струйный сепаратор). Качественный и количественный анализ с использованием ХМС.

### **Высокоэффективная жидкостная хроматография**

**Классификация вариантов ВЭЖХ. Причины размывания хроматографических зон в ВЭЖХ. Сорбенты для нормально-фазовой и обращенно-фазовой ВЭЖХ. Выбор неподвижной фазы и элюентов для разделения. Подготовка растворителей, колонок, проб.**

Содержание темы

Особенности и преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Классификация вариантов ВЭЖХ: Нормально-фазовая, обращенно-фазовая, ионообменная, на динамически модифицированных сорбентах, ион-парная, лигандная, хелатная и эксклюзионная хроматографии.

Причины размывания хроматографических зон в ВЭЖХ, влияние на размывание диффузии сорбата в неподвижной фазе, массопередачи в подвижной фазе, застойных зон.

Пелликулярные и объемно-пористые сорбенты для нормально-фазовой и обращенно- фазовой ВЭЖХ. Химически модифицированные силикагели. Выбор неподвижной фазы для разделения низкомолекулярных органических соединений.

Функции подвижной фазы в ВЭЖХ. Требования, предъявляемые к физическим свойствам растворителей. Подготовка растворителей, колонок и проб

**Элюирующая сила растворителей, экспериментальный подбор оптимального состава подвижной фазы. Оценка элюирующей способности растворителей . Классификация элюентов по Снайдеру.**

Элюирующая сила и селективность растворителей. Экспериментальный подбор оптимальной элюирующей силы подвижной фазы. Специфические модификаторы.

Оценка элюирующей способности растворителей. Элюотропные ряды. Параметр адсорбционной силы растворителя  $\alpha_0$ . Зависимость  $\alpha_0$  от состава подвижной фазы. Изоэлюотропные ряды. Подбор состава смешанных растворителей, обладающих одинаковой элюирующей способностью, на основании параметра  $\alpha_0$ . Оценка полярности растворителей и выбор условий хроматографирования на основании параметра растворимости  $\beta_T$ . Вклад различных сил взаимодействия в величину  $\beta_T$ , парциальные параметры растворимости. Параметр полярности  $R_F$ , классификационные параметры селективности (параметр донора протонов, параметр акцептора протонов, параметр “сильного дипольного взаимодействия”). Классификация элюентов по Снайдеру.

Особая шкала элюирующей силы растворителей для обращенно-фазовой хроматографии. Уравнение, связывающее коэффициент емкости и объемную долю органического растворителя в подвижной фазе; коэффициент  $S$ , характеризующий элюирующую силу органического растворителя; выбор состава подвижной фазы с оптимальной элюирующей силой.

**Основные варианты ВЭЖХ. Хроматография на силикагеле. Обращенно-фазовая хроматография Особенности анализа ионогенных соединений методом обращенно-фазовой ВЭЖХ.Хроматография в системах с динамическим модифицированием. Ион-парная хроматография.**

Содержание темы

Основные варианты ВЭЖХ. Хроматография на силикагеле; взаимодействие молекул сорбатов с адсорбционными слоями и поверхностью твердого адсорбента; модели удерживания. Модель удерживания Снайдера, рассматривающая адсорбцию как неспецифический процесс на однородной поверхности. Модель Сочевиньского (модель активных центров). Модель Скотта – Кучеры (модель

молекулярных слоев), возможные схемы взаимодействия сорбата с сорбентом. Теория обращенно-фазовой хроматографии Хорвата. Сольватационная теория удерживания. Хроматография в системах с динамическим модифицированием, влияние специфических модификаторов на форму хроматографического пика. Ион-парная хроматография и ее механизм. Модификаторы для разделения органических кислот и оснований, зависимость удерживания сорбат от концентрации модификатора и рН среды. Мицеллярная жидкостная хроматография.

### **Лигандообменная хроматография. Сорбенты, ионы модификаторы, элюенты, анализируемые классы соединений. Аффинная хроматография.**

Содержание темы

Возникновение лигандной хроматографии, терминалогия, сущность, объекты анализа, чувствительность метода к молекулярной структуре лиганда. Ионы-модификаторы, сопоставление свойств различных модификаторов. Сорбенты, используемые для удерживания: сульфированный полистирол гелевого типа, “макросетчатые” сорбенты, хелатообразующие смолы, акриловые смолы, сорбенты на основе натуральных полимеров – целлюлозы и декстрана. Сорбенты на основе силикагеля с привитыми фазами (диамины, полиамины, иминодиацетаты, аminosиланы, дитиокарбаматы, продукты синтеза с 8-хинолинолом, аминокислоты). Элюирование и обнаружение сорбатов различных классов: алифатические амины, аминокислоты, аминсахара. Селективность и порядок выхода, связь между удерживанием и строением. Аффинная хроматография.

### **Жидкостная адсорбционная хроматография хелатов. Основные классы хелатообразующих реагентов. Адсорбция координационно-ненасыщенных координационно-насыщенных хелатов на силикагеле и обращенной фазе.**

Содержание темы

Жидкостная адсорбционная хроматография хелатов. Особенности строения и адсорбции хелатов. Основные классы хелатообразующих реагентов и предъявляемые к ним требования при хроматографическом разделении ионов металлов. Применение координационно-ненасыщенных хелатов в прямо-фазной и обращенно-фазной хроматографии. Адсорбционные комплексы, образующиеся при адсорбции координационно-ненасыщенных хелатов на силикагеле. Адсорбция хелатов на обращенной фазе, зависимость адсорбционной способности от электроотрицательности металлов. Состав элюентов и порядок выхода хелатов различных металлов.

Адсорбция координационно-насыщенных хелатов на силикагеле и обращенной фазе. Зависимость хроматографического поведения хелатов от природы центрального атома, его электроакцепторной способности и строения внутренней координационной сферы комплекса, природы органического растворителя.

### **Ионная хроматография, преимущества и недостатки двухколоночного и одноколоночного вариантов. Сорбенты, элюенты и детекторы для двухколоночной и одноколоночной ионной хроматографии, применяющиеся при анализе катионов и анионов.**

Содержание темы

Ионная хроматография и ее развитие, современные варианты ионообменного разделения, преимущества и недостатки двухколоночного и одноколоночного вариантов, приборы для одноколоночной и двухколоночной хроматографии. Равновесие ионного обмена в условиях ионной хроматографии, удерживание катионов и анионов.

Требования, предъявляемые к сорбентам в ионной хроматографии. Поверхностно-пористые и объемнопористые сорбенты. Органические катионо- и анионообменные ионообменные смолы с матрицей гелевого типа или макропористой (макросетчатой) структурой. Фиксированные ионы. Сильно-, средне-, слабокислотные (или основные) ионообменники. Ионообменники на основе

силикагеля. Комплексообразующие сорбенты для ионной хроматографии, хелатообразующие группы, разделяемые ионы

Элюенты для двухколоночной и одноколоночной ионной хроматографии, применяющиеся при анализе катионов и анионов; классификация элюентов по элюирующей способности; практика выбора элюентов. Аминокислоты как элюенты.

Типы детекторов, применяющихся в ионной хроматографии, прямое и косвенное детектирование, послеколоночная реакция.

Определение неорганических анионов с использованием двухколоночного и одноколоночного вариантов и различных способов детектирования, сравнение ионной хроматографии с другими методами определения анионов. Удерживание органических анионов, определение одноосновных и двухосновных алифатических кислот, определение ароматических кислот.

Определение в двухколоночном и одноколоночном вариантах ионов щелочных металлов и аммония, щелочноземельных и переходных металлов, анионных комплексов металлов.

Совместное определение катионов и анионов, использование последовательно соединенных колонок. Вода как объект ионохроматографического анализа.

**Приборы для жидкостной хроматографии. Основные типы и характеристики насосов. Методы измерения расхода элюента. Системы ввода пробы, дегазации элюента. Детекторы в ВЭЖХ.**

Типы насосов. Газовый и пневмогидравлический насосы постоянного давления и постоянного расхода. Насосы постоянного расхода: шприцевые, поршневые и мембранные.

Одноплунжерные и двухплунжерные возвратно-поступательные насосы, диафрагменный одноплунжерный насос, схемы систем градиентного элюирования с одним и с двумя насосами. Ручные и автоматические системы ввода проб.

Детекторы для ВЭЖХ: оптические, электрические, электрохимические и детекторы для измерения радиоактивных веществ.

Оптические детекторы: абсорбционные, работающие в ультрафиолетовой области спектра (УФД), видимой области спектра (ВИД); инфракрасные детекторы (ИКД); рефрактометрические различных типов (РМД); эмиссионные; флуориметрические различных конструкций (ФМД); хемилюминесцентные (ХЛД). Фотометрические детекторы.

Электрохимические детекторы: вольтамперометрический детектор (ВАД), полярографический детектор (ПГД), кулонометрический детектор (КМД).

Кондуктометрический детектор. Детектор радиоактивности (РАД). Масс-спектрометр (МС). Детектор светового рассеивания (СРД)



## **6. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины**

Освоение дисциплины требует систематического изучения всех тем в той последовательности, в какой они указаны в рабочей программе.

Основными видами учебной работы являются аудиторские занятия. Их цель - расширить базовые знания обучающихся по осваиваемой дисциплине и систему теоретических ориентиров для последующего более глубокого освоения программного материала в ходе самостоятельной работы. Обучающемуся важно помнить, что контактная работа с преподавателем эффективно помогает ему овладеть программным материалом благодаря расстановке необходимых акцентов и удержанию внимания интонационными модуляциями голоса, а также подключением аудио-визуального механизма восприятия информации.

Самостоятельная работа преследует следующие цели:

- закрепление и совершенствование теоретических знаний, полученных на лекционных занятиях;
- формирование навыков подготовки текстовой составляющей информации учебного и научного назначения для размещения в различных информационных системах;
- совершенствование навыков поиска научных публикаций и образовательных ресурсов, размещенных в сети Интернет;
- самоконтроль освоения программного материала.

Обучающемуся необходимо помнить, что результаты самостоятельной работы контролируются преподавателем во время проведения мероприятий текущего контроля и учитываются при промежуточной аттестации.

Обучающимся с ОВЗ и инвалидов предоставляется возможность выбора форм проведения мероприятий текущего контроля, альтернативных формам, предусмотренным рабочей программой дисциплины. Предусматривается возможность увеличения в пределах 1 академического часа времени, отводимого на выполнение контрольных мероприятий.

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

При проведении текущего контроля применяются оценочные средства, обеспечивающие передачу информации, от обучающегося к преподавателю, с учетом психофизиологических особенностей здоровья обучающихся.

## **7. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине**

При самостоятельной работе обучающимся следует использовать:

- конспекты лекций;
- литературу из перечня основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля);
- текст лекций на электронных носителях;
- ресурсы информационно-телекоммуникационной сети "Интернет", необходимые для освоения дисциплины;
- лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение из перечня информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине;
- методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.

## 8. Перечень основной и дополнительной учебной литературы

### Основная:

1. Щуров Ю. А. Физико-химические методы исследования. Газовая хроматография: учебное пособие для студентов химического факультета, обучающихся по специальности "Химия"/Ю. А. Щуров.- Пермь, 2010, ISBN 978-5-7944-1436-3.-228.
2. Каратаева, Е. С. Теоретические основы газовой хроматографии : монография / Е. С. Каратаева. — Казань : Казанский национальный исследовательский технологический университет, 2015. — 268 с. — ISBN 978-5-7882-1856-4. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. <http://www.iprbookshop.ru/64010.html>

### Дополнительная:

1. Щуров Ю. А. Высокоэффективная хроматография: учеб. пособие/Ю. А. Щуров.-Пермь:ПГУ,2007.-1.
2. Хенке Х. Жидкостная хроматография: справочное пособие : перевод с немецкого/Х. Хенке ; пер. Н. Е. Киреева ; ред. А. А. Демин.-Москва: Техносфера, 2009, ISBN 978-5-94836-198-7.-263.-Библиогр.: с. 220-223

## **9. Перечень ресурсов сети Интернет, необходимых для освоения дисциплины**

При освоении дисциплины использование ресурсов сети Интернет не предусмотрено.

## **10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине**

Образовательный процесс по дисциплине **Высокоэффективная хроматография** предполагает использование следующего программного обеспечения и информационных справочных систем:

- Презентационные материалы (слайды по темам лекционных и практических занятий).
- Доступ в режиме on-line в Электронную библиотечную систему (ЭБС) доступ в электронную информационно-образовательную среду университета.

Перечень необходимого лицензионного и (или) свободно распространяемого программного обеспечения:

- Офисный пакет приложений «LibreOffice».

При освоении материала и выполнения заданий по дисциплине рекомендуется использование материалов, размещенных в Личных кабинетах обучающихся ЕТИС ПГНИУ (**student.psu.ru**).

При организации дистанционной работы и проведении занятий в режиме онлайн могут использоваться:

- система видеоконференцсвязи на основе платформы BigBlueButton (<https://bigbluebutton.org/>).
- система LMS Moodle (<http://e-learn.psu.ru/>), которая поддерживает возможность использования текстовых материалов и презентаций, аудио- и видеоконтент, а так же тесты, проверяемые задания, задания для совместной работы.
- система тестирования Indigo (<https://indigotech.ru/>).

## **11. Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине**

1. Лекционные и практические занятия: аудитория, оснащенная презентационной техникой (проектор, экран, компьютер/ноутбук) с соответствующим программным обеспечением, меловой (и) или маркерной доской.
2. Лабораторные занятия: «Лаборатория высокоэффективной хроматографии», оснащенная специализированным оборудованием. Состав оборудования определен в Паспорте лаборатории.
3. Групповые (индивидуальные) консультации: аудитория, оснащенная меловой (и) или маркерной доской.
4. Текущий контроль: аудитория, оснащенная меловой (и) или маркерной доской.
5. Самостоятельная работа: помещения Научной библиотеки ПГНИУ.

Помещения научной библиотеки ПГНИУ для обеспечения самостоятельной работы обучающихся:

1. Научно-библиографический отдел, корп.1, ауд. 142. Оборудован 3 персональными компьютера с доступом к локальной и глобальной компьютерным сетям.
2. Читальный зал гуманитарной литературы, корп. 2, ауд. 418. Оборудован 7 персональными компьютерами с доступом к локальной и глобальной компьютерным сетям.
3. Читальный зал естественной литературы, корп.6, ауд. 107а. Оборудован 5 персональными компьютерами с доступом к локальной и глобальной компьютерным сетям.
4. Отдел иностранной литературы, корп.2 ауд. 207. Оборудован 1 персональным компьютером с доступом к локальной и глобальной компьютерным сетям.

5. Библиотека юридического факультета, корп.9, ауд. 4. Оборудована 11 персональными компьютерами с доступом к локальной и глобальной компьютерным сетям.

6. Читальный зал географического факультета, корп.8, ауд. 419. Оборудован 6 персональными компьютерами с доступом к локальной и глобальной компьютерным сетям.

Все компьютеры, установленные в помещениях научной библиотеки, оснащены следующим программным обеспечением:

Операционная система ALT Linux;

Офисный пакет Libreoffice.

Справочно-правовая система «КонсультантПлюс»

**Фонды оценочных средств для аттестации по дисциплине  
Высокоэффективная хроматография**

**Планируемые результаты обучения по дисциплине для формирования компетенции.  
Индикаторы и критерии их оценивания**

**ПК.2**

**Способен планировать работу и выбирать методы решения поставленных задач в  
выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках**

<b>Индикатор</b>	<b>Планируемые результаты обучения</b>	<b>Критерии оценивания результатов обучения</b>
<b>ПК.2.2</b> Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов, готовит объекты, оборудование и реактивы исследования	Умение планировать и проводить хроматографический анализ произвольной смеси	<p style="text-align: center;"><b>Неудовлетворител</b></p> Студент не умеет даже с помощью преподавателя: выбрать подходящий хроматографический метод. подобрать условия хроматографирования (способ ввода пробы, тип колонки, подвижная фаза, детектор и их режимы). <p style="text-align: center;"><b>Удовлетворительн</b></p> Студент с помощью преподавателя умеет: выбрать подходящий хроматографический метод. подобрать условия хроматографирования (способ ввода пробы, тип колонки, подвижная фаза, детектор и их режимы). <p style="text-align: center;"><b>Хорошо</b></p> Студент умеет с минимальными ошибками самостоятельно: выбрать подходящий хроматографический метод. подобрать условия хроматографирования (способ ввода пробы, тип колонки, подвижная фаза, детектор и их режимы). <p style="text-align: center;"><b>Отлично</b></p> Студент умеет самостоятельно: выбрать подходящий хроматографический метод. подобрать условия хроматографирования (способ ввода пробы, тип колонки, подвижная фаза, детектор и их режимы).



## Оценочные средства текущего контроля и промежуточной аттестации

Схема доставки : Магистры. С 2015 г.

**Вид мероприятия промежуточной аттестации :** Экзамен

**Способ проведения мероприятия промежуточной аттестации :** Оценка по дисциплине в рамках промежуточной аттестации определяется на основе баллов, набранных обучающимся на контрольных мероприятиях, проводимых в течение учебного периода.

**Максимальное количество баллов :** 100

### Конвертация баллов в отметки

«отлично» - от 81 до 100

«хорошо» - от 61 до 80

«удовлетворительно» - от 44 до 60

«неудовлетворительно» / «незачтено» менее 44 балла

Компетенция (индикатор)	Мероприятие текущего контроля	Контролируемые элементы результатов обучения
<b>Входной контроль</b>	Введение. Входной контроль <b>Входное тестирование</b>	Знание основ инструментальных методов анализа
<b>ПК.2.2</b> Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов, готовит объекты, оборудование и реактивы исследования	Особенности, преимущества, теория капиллярной хроматографии. Уравнение Голя. Типы капиллярных колонок, изготовление, условия эксплуатации. Традиционные НЖФ, используемые в полых капиллярных колонках. <b>Письменное контрольное мероприятие</b>	Знание закономерностей эффективности хроматографического процесса
<b>ПК.2.2</b> Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов, готовит объекты, оборудование и реактивы исследования	Основные типы детекторов, применяемые в газовой капиллярной хроматографии, и особенности их устройства, чувствительность и оптимальные условия эксплуатации. Гибридные методы в капиллярной газовой хроматографии. <b>Письменное контрольное мероприятие</b>	Знание закономерностей газовой хроматографии

<b>Компетенция (индикатор)</b>	<b>Мероприятие текущего контроля</b>	<b>Контролируемые элементы результатов обучения</b>
<p><b>ПК.2.2</b> Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов, готовит объекты, оборудование и реактивы исследования</p>	<p>Жидкостная адсорбционная хроматография хелатов. Основные классы хелатообразующих реагентов. Адсорбция координационно - ненасыщенных координационно - насыщенных хелатов на силикагеле и обращенной фазе. <b>Письменное контрольное мероприятие</b></p>	<p>Умение применить знания закономерностей разделения смесей методом ВЭЖХ для оптимизации процесса разделения</p>
<p><b>ПК.2.2</b> Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов, готовит объекты, оборудование и реактивы исследования</p>	<p>Приборы для жидкостной хроматографии. Основные типы и характеристики насосов. Методы измерения расхода элюента. Системы ввода пробы, дегазации элюента. Детекторы в ВЭЖХ. <b>Итоговое контрольное мероприятие</b></p>	<p>Знание закономерностей ВЭЖХ и капиллярной газовой хроматографии</p>

### **Спецификация мероприятий текущего контроля**

#### **Введение. Входной контроль**

Продолжительность проведения мероприятия промежуточной аттестации: **.5 часа**

Условия проведения мероприятия: **в часы аудиторной работы**

Максимальный балл, выставляемый за мероприятие промежуточной аттестации: **0**

Проходной балл: **0**

<b>Показатели оценивания</b>	<b>Баллы</b>
Тест на знание основ инструментальных методов анализа, каждый вопрос оценивается в 1 балл	20

**Особенности, преимущества, теория капиллярной хроматографии. Уравнение Голея. Типы капиллярных колонок, изготовление, условия эксплуатации. Традиционные НЖФ, используемые в полых капиллярных колонках.**

Продолжительность проведения мероприятия промежуточной аттестации: **1 часа**

Условия проведения мероприятия: **в часы аудиторной работы**

Максимальный балл, выставляемый за мероприятие промежуточной аттестации: **20**

Проходной балл: **9**



Показатели оценивания	Баллы
Расчеты: Верный расчет параметров газа-носителя: 3 балла Верный расчет эффективности колонки: 3 балла Верный расчет объема паровой фазы растворителя: 3 балла За ошибки в отдельных вычислениях, не влияющие на верность расчета остальных параметров, вычитается по 1 балла вплоть до 8 баллов.	9
Графическое представление: Наличие всех верно построенных графиков: 7 баллов. За ошибки построения графика (перепутаны оси, неверный тип осей) вычитается по 1 баллу за каждый график с ошибкой. За отсутствие графика или совершенно неверное построение (результаты на графике не согласуются с табличными) вычитается по 2 балла за каждый график вплоть до 8.	7
Аккуратность оформления: За общую неграмотность, небрежность, неаккуратность оформления вычитается до 4 баллов. Вычитаемые баллы суммируются и, если их сумма больше или равна 4, за аккуратность оформления выставляется 0 баллов.	4

**Основные типы детекторов, применяемые в газовой капиллярной хроматографии, и особенности их устройства, чувствительность и оптимальные условия эксплуатации. Гибридные методы в капиллярной газовой хроматографии.**

Продолжительность проведения мероприятия промежуточной аттестации: **1 часа**

Условия проведения мероприятия: **в часы аудиторной работы**

Максимальный балл, выставляемый за мероприятие промежуточной аттестации: **20**

Проходной балл: **9**

Показатели оценивания	Баллы
За верный подбор колонок-аналогов (в зависимости от числа найденных) - 3. За верное обоснование с помощью констант МакРейнольдса изменения удерживания вещества (в зависимости от полноты и аргументированности ответа) - 6	9
Подбор параметров разделения За ошибки в отдельных вычислениях Rs вычитается 3 балла.	5
Аккуратность оформления (до 4 баллов; за общую неграмотность, небрежность, неаккуратность оформления вычитается до 4 баллов).	4
Наличие иллюстрации	2

**Жидкостная адсорбционная хроматография хелатов. Основные классы хелатообразующих реагентов. Адсорбция координационно - ненасыщенных координационно - насыщенных хелатов на силикагеле и обращенной фазе.**

Продолжительность проведения мероприятия промежуточной аттестации: **1 часа**

Условия проведения мероприятия: **в часы аудиторной работы**

Максимальный балл, выставляемый за мероприятие промежуточной аттестации: **20**

Проходной балл: **9**

Показатели оценивания	Баллы
Оптимизация разделения смеси в градиентном режиме (до 4 баллов). Включает подбор оптимальных параметров разделения (программа градиента, диапазон входных давлений), которые нужно выписать в выводы. На двух скриншотах (для ацетонитрила и метанола)	5

хроматограмм вторым графиком должен быть представлен профиль давления на входе колонки. В таблице эффективности разделения для двух растворителей необходимо рассчитать величины $R_s$ .	
Расчет эффективности колонки (до 4 баллов). Включает построение 4 графиков эффективности колонки (ВЭТТ) от линейной и объемной скоростей элюента (по два графика для 50% метанола и 50% ацетонитрила).	4
Оптимизация разделения смеси в изократическом режиме (до 4 баллов). Включает построение 10 графиков в координатах $\ln k$ от $\phi$ (5 соединений в двух растворителях, графики необходимо сгруппировать по типу растворителя), таблицы эффективности разделения для двух растворителей и 2 скриншота хроматограмм в оптимальных условиях элюирования.	4
Аккуратность оформления. За общую неграмотность, небрежность, неаккуратность оформления вычитается до 3 баллов.	3
Расчет максимального для колонки размера пробы	2
Ответы на вопросы из п.6 задания.	2

**Приборы для жидкостной хроматографии. Основные типы и характеристики насосов. Методы измерения расхода элюента. Системы ввода пробы, дегазации элюента. Детекторы в ВЭЖХ.**

Продолжительность проведения мероприятия промежуточной аттестации: **2 часа**

Условия проведения мероприятия: **в часы аудиторной работы**

Максимальный балл, выставляемый за мероприятие промежуточной аттестации: **40**

Проходной балл: **17**

<b>Показатели оценивания</b>	<b>Баллы</b>
Задача решена полностью - 10 Верный ход решения, арифметические ошибки - 5 баллов	10
Верный ход решения, неверные единицы измерения в расчете - 4 балла	
Сумма баллов за ответы на "летучки"	10
Ответ на вопрос по ВЭЖХ	10
Ответ на вопрос по капиллярной газовой хроматографии	10