

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
"ВОЛГОГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ"**

Институт приоритетных технологий

Кафедра судебной экспертизы и физического материаловедения

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ**

Наименование  
дисциплины  
(модуля):

**Хроматографические методы анализа в нефтегазовом  
производстве**

Уровень ОПОП: Специалитет

Специальность: 21.05.05 Физические процессы горного или нефтегазового  
производства

Направленность (профиль) подготовки специалитета: Физические процессы  
нефтегазового производства

Форма обучения: Очная

Срок обучения: 2025 - 2031 уч. г.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по  
направлению подготовки 21.05.05 Физические процессы горного или  
нефтегазового производства (приказ № 981 от 12.08.2020 г.) и учебного плана,  
утвержденного Ученым советом (от 27.05.2024 г., протокол № 9)

Разработчики:

Акатьев В. В., старший преподаватель

Программа рассмотрена и утверждена на заседании кафедры, протокол № 08 от  
21.06.2024 года

Зав. кафедрой



Борознин С. В.

## 1. Цель и задачи изучения дисциплины

Цель изучения дисциплины - Овладение студентами теоретическими основами метода, приобретение практических навыков  
Формирование практических навыков работы в выполнении анализа и толкования результатов во всех аспектах использования хроматографии.

Задачи дисциплины:

- знание физико-химических основ хроматографического разделения, принципиальные схемы газового и жидкостного хроматографов, назначение и устройство их основных узлов, о влиянии различных факторов хроматографического анализа на его результаты; методы обработки хроматограмм для количественного и качественных определений, принцип подготовки различных проб к анализу.
- практическая подготовка хроматографа к работе, самостоятельное выполнение анализа и умение написать заключение о его результатах.

## 2. Место дисциплины в структуре ОПОП ВО

Дисциплина «Хроматографические методы анализа в нефтегазовом производстве» относится к части учебного плана, формируемой участниками образовательных отношений.  
Дисциплина изучается на 3 курсе.

## 3. Требования к результатам освоения дисциплины

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование компетенций, определенных учебным планом в соответствии с ФГОС ВО.

Выпускник должен обладать следующими профессиональными компетенциями (ПК):

**ПК-1 Способен самостоятельно формулировать, решать научно-исследовательские задачи, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства**

Знания, умения, навыки, формируемые по компетенции в рамках дисциплины

Студент должен знать:

принципы формулировки, решения научно- исследовательских задач, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства

Студент должен уметь:

самостоятельно формулировать, решать научно-исследовательские задачи, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства

Студент должен владеть навыками

самостоятельно формулировать, решать научно-исследовательские задачи, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства

## 4. Объем дисциплины и виды учебной работы

Вид учебной работы	Всего часов	Шестой семестр
<b>Контактная работа (всего)</b>	<b>64</b>	<b>64</b>
Лабораторные	32	32
Лекции	32	32
<b>Самостоятельная работа (всего)</b>	<b>116</b>	<b>116</b>
<b>Виды промежуточной аттестации</b>		
Зачет с оценкой		+
<b>Общая трудоемкость часы</b>	<b>180</b>	<b>180</b>
<b>Общая трудоемкость зачетные единицы</b>	<b>5</b>	<b>5</b>

## **5. Содержание дисциплины**

### **5.1. Содержание дисциплины: Лекции (32 ч.)**

#### **Шестой семестр. (32 ч.)**

Тема 1. Введение. Классификация хроматографических методов (2 ч.)

История открытия и развития хроматографического метода. Области применения хроматографических методов. Определение хроматографии. Варианты осуществления хроматографических разделений

Тема 2. Физико-химические основы хроматографического процесса (2 ч.)

Понятия о физико-химических системах и фазах. Физико-химические явления, определяющие хроматографическое разделение (адсорбция, абсорбция, хемосорбция, диффузия). Природа сорбционных сил. Сорбционное равновесие. Механизм хроматографического разделения

Тема 3. Теория хроматографической колонки. Эффективность разделения (2 ч.)

Понятие статики и динамики сорбции. Селективность неподвижной фазы и эффективность колонки.

Тема 4. Причины размывания хроматографической зоны (2 ч.)

Причины размывания хроматографической зоны (теории тарелок и эффективной диффузии). Уравнение Ван-Деемтера

Тема 5. Метод газожидкостной хроматографии (2 ч.)

Метод газожидкостной хроматографии, его преимущества и недостатки. Принципиальная схема газового хроматографа. Хроматографическая колонка. Носители для ГЖХ, типы, природа, подготовка. Капиллярная колонка. Неподвижная жидкая фаза. Методы нанесения, химическая природа. Выбор НЖФ, понятие о полярности НЖФ

Тема 6. Детекторы для газовой хроматографии (2 ч.)

Назначение. Основные характеристики детекторов. Принципиальное устройство различных типов детекторов. Использование ИК спектрометров и масс-спектрометров в качестве детекторов

Тема 7. Основы качественного анализа (2 ч.)

Основы качественного анализа. Параметры удерживания

Тема 8. Индекс Ковача, его свойства (2 ч.)

Индекс Ковача, его свойства

Тема 9. Методы хроматографической идентификации химических соединений (2 ч.)

Методы хроматографической идентификации химических соединений

Тема 10. Основы количественного анализа (2 ч.)

Основы количественного анализа

Тема 11. Методы количественного анализа (2 ч.)

Методы количественного анализа. Методы обработки хроматограмм. Влияние температуры на процесс хроматографического разделения

Тема 12. Методы жидкостной хроматографии (2 ч.)

Методы жидкостной хроматографии. Отличие жидкостной хроматографии от газовой. Колонки и носители для ЖХ. Элюенты. Элюотропные ряды.

Тема 13. Нормальная и обращеннофазовая хроматография (2 ч.)

Изокрантический и градиентный режимы работы жидкостного хроматографа. Нормальная и обращеннофазовая хроматография. Детекторы для жидкостной хроматографии

Тема 14. Тонкослойная хроматография (2 ч.)

Особенности тонкослойной хроматографии, варианты, тонкослойные пластинки и бумаги, нанесение проб, хромогенные реагенты. Основы качественного и количественного анализа методом ТСХ. ВЭТСХ

Тема 15. Подготовка проб для хроматографического анализа (2 ч.)

Методы подготовки твердых, жидких и газообразных веществ для хроматографического анализа

Тема 16. Области применения газовой и жидкостной хроматографии (2 ч.)

Области применения газовой и жидкостной хроматографии. Критерии препаративной хроматографии. Периодическая и непрерывная газовая хроматография

## **5.2. Содержание дисциплины: Лабораторные (32 ч.)**

### **Шестой семестр. (32 ч.)**

Тема 1. Оценка качества набивной колонки, влияние скорости газа-носителя и температуры колонок на эффективность хроматографической колонки (2 ч.)

Ознакомление с устройством газового хроматографа и условиями выполнения хроматографического анализа.

Практическое осуществление основных приемов выполнения хроматографического анализа.

Практическое определение качества набивной колонки и воияния условий хроматографического анализа на его результаты.

Тема 2. Оценка качества набивной колонки, влияние скорости газа-носителя и температуры колонок на эффективность хроматографической колонки (2 ч.)

Ознакомление с устройством газового хроматографа и условиями выполнения хроматографического анализа.

Практическое осуществление основных приемов выполнения хроматографического анализа.

Практическое определение качества набивной колонки и воияния условий хроматографического анализа на его результаты.

Тема 3. Основы качественного хроматографического анализа (2 ч.)

Ознакомление с качественным хроматографическим анализом.

Практическое определение параметров удерживания органических соединений

Тема 4. Основы качественного хроматографического анализа (2 ч.)

Ознакомление с качественным хроматографическим анализом.

Практическое определение параметров удерживания органических соединений

Тема 5. Основы количественного анализа смеси органических соединений (2 ч.)

Практическое осуществление основных приемов выполнения хроматографического анализа.

Ознакомление с методами расчета в количественном хроматографическом анализе.

Практическое определение количественного состава смеси химических веществ хроматографическим путем.

Тема 6. Основы количественного анализа смеси органических соединений (2 ч.)

Практическое осуществление основных приемов выполнения хроматографического анализа.

Ознакомление с методами расчета в количественном хроматографическом анализе.

Практическое определение количественного состава смеси химических веществ хроматографическим путем.

Тема 7. Качественный и количественный анализ смеси органических соединений (2 ч.)

Практическое осуществление качественного и количественного анализа смеси органических веществ.

Тема 8. Качественный и количественный анализ смеси органических соединений (2 ч.)

Практическое осуществление качественного и количественного анализа смеси органических веществ.

Тема 9. Определение относительной полярности неподвижной жидкой фазы (2 ч.)

Ознакомление с понятиями селективности и полярности неподвижной жидкой фазы, а также определение их по методу Роршайдера.

Практическое определение относительной полярности исследуемой неподвижной жидкой фазы.

Тема 10. Определение относительной полярности неподвижной жидкой фазы (2 ч.)

Ознакомление с понятиями селективности и полярности неподвижной жидкой фазы, а также определение их по методу Роршайдера.

Практическое определение относительной полярности исследуемой неподвижной жидкой фазы.

Тема 11. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Определение мертвого времени колонки. Определение основных хроматографических параметров (2 ч.)

Определение мертвого время колонки ВЭЖХ.

Определение основных хроматографических параметров, характеризующие поведение смеси углеводородов в колонко, и оценка ее разрешение и числа теоретических тарелок.

Тема 12. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Определение мертвого времени колонки. Определение основных хроматографических параметров (2 ч.)

Определение мертвого время колонки ВЭЖХ.

Определение основных хроматографических параметров, характеризующие поведение смеси углеводородов в колонко, и оценка ее разрешение и числа теоретических тарелок.

Тема 13. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Определение количественного состава многокомпонентной смеси (2 ч.)

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

Тема 14. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Определение количественного состава многокомпонентной смеси (2 ч.)

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

Тема 15. Определение состава смеси изомерных ароматических соединений методом тонкослойной хроматографии (2 ч.)

Ознакомление с методом адсорбционной тонкослойной хроматографии.

Определение состава смеси изомерных ароматических соединений

Тема 16. Определение состава смеси изомерных ароматических соединений методом тонкослойной хроматографии (2 ч.)

Ознакомление с методом адсорбционной тонкослойной хроматографии.

Определение состава смеси изомерных ароматических соединений

## **6. Виды самостоятельной работы студентов по дисциплине Шестой семестр (116 ч.)**

Вид СРС: работа с литературой (30 ч.)

Тематика заданий СРС:

Самостоятельная работа с учебниками и книгами, самостоятельное теоретическое исследование проблем, обозначенных преподавателем на лекциях – важнейшее условие формирования студентом у себя научного способа познания.

Изучая материал по учебной книге (учебнику, учебному пособию, монографии, хрестоматии и др.), следует переходить к следующему вопросу только после полного уяснения предыдущего, фиксируя выводы и вычисления, в том числе те, которые в учебнике опущены или на лекции даны для самостоятельного вывода.

Особое внимание студент должен обратить на определение основных понятий курса. Надо подробно разбирать примеры, которые поясняют определения, и приводить аналогичные примеры самостоятельно.

Полезно составлять опорные конспекты. При изучении материала по учебной книге полезно либо в тетради на специально отведенных полях, либо в документе, созданном на ноутбуке, планшете и др. информационном устройстве, дополнять конспект лекций. Там же следует отмечать вопросы, выделенные студентом для консультации с преподавателем. Выводы, полученные в результате изучения учебной литературы, рекомендуется в конспекте выделять, чтобы при перечитывании материала они лучше запоминались.

Список литературы:

1. Александрова Э. А., Гайдукова Н. Г. Аналитическая химия в 2 книгах. книга 2. физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: - Издание испр. и доп а3-е изд - Бакалавр. Прикладной курс, 2018. - 355 с. - Режим доступа: <http://www.biblio-online.ru/book/5728E902-5909-46A1-8E5F-C4AB610389CD>

2. Валова (Копылова) Валентина Дмитриевна Физико-химические методы анализа

[Электронный ресурс]: - Дашков и К, 2018. - 224 с. - Режим доступа:  
<http://znanium.com/go.php?id=430532>

3. Жебентяев, А. И. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное - Новое знание, 2017. - 206 с. - Режим доступа:  
<http://new.znanium.com/go.php?id=520527>

4. Цвет М.С. Хроматографический адсорбционный анализ [Электронный ресурс]: - Антология мысли, 2018. - 206 с. - Режим доступа: <http://www.biblio-online.ru/book/7FDE4AC8-A855-49E5-9C33-ED0EFA558721>

5. В.В. Акатьев, Т.А. Ермакова Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография : учеб.-метод пособие - Волгоград : Изд-во ВолГУ, 2007 – 67 с.

Вид СРС: подготовка к отчету лабораторных работ (56 ч.)

Тематика заданий СРС:

Представляет собой вид внеаудиторной самостоятельной работы студента по подготовке сдачи отчета по лабораторной работе. В конспекте лабораторной работы должны быть отражены цель работы, основные положения темы, результаты выполнения работы и выводы.

Вид СРС: подготовка к зачету (30 ч.)

Тематика заданий СРС:

Самостоятельная работа студентов по подготовке к зачету по вопроса промежуточной аттестации

### **7. Тематика курсовых работ(проектов)**

Курсовые работы (проекты) по дисциплине не предусмотрены.

### **8. Фонд оценочных средств. Оценочные материалы**

#### **8.1. Показатели и критерии оценивания компетенций, шкалы оценивания**

В рамках изучаемой дисциплины студент демонстрирует уровни овладения компетенциями:

Повышенный уровень:

обучающийся демонстрирует глубокое знание учебного материала; способен использовать сведения из различных источников для успешного исследования и поиска решения в нестандартных ситуациях; способен анализировать, проводить сравнение и обоснование выбора методов решения практико-ориентированных заданий

Базовый уровень:

обучающийся способен понимать и интерпретировать освоенную информацию; демонстрирует осознанное владение учебным материалом и учебными умениями, навыками и способами деятельности, необходимыми для решения практико-ориентированных заданий

Пороговый уровень:

обучающийся обладает необходимой системой знаний и владеет некоторыми умениями; демонстрирует самостоятельность в применении знаний, умений и навыков к решению учебных заданий на репродуктивном уровне

Уровень ниже порогового:

система знаний, необходимая для решения учебных и практико-ориентированных заданий, не сформирована; обучающийся не владеет основными умениями, навыками и способами деятельности

Уровень сформированности	Шкала оценивания для промежуточной аттестации	Шкала оценивания по БРС
--------------------------	---	-------------------------

компетенции	Экзамен, зачет с оценкой	
Повышенный	5 (отлично)	91 и более
Базовый	4 (хорошо)	71 – 90
Пороговый	3 (удовлетворительно)	60 – 70
Ниже порогового	2 (неудовлетворительно)	Ниже 60

Критерии оценки знаний студентов по дисциплине

Оценка	Показатели
Отлично	<p>Обучающийся демонстрирует:</p> <p>систематизированные, глубокие и полные знания по всем разделам учебной дисциплины, а также по основным вопросам, выходящим за ее пределы;</p> <p>точное использование научной терминологии, грамотное, логически правильное изложение ответа на вопросы;</p> <p>безупречное владение инструментарием учебной дисциплины, умение его эффективно использовать в постановке и решении научных и профессиональных задач;</p> <p>выраженную способность самостоятельно и творчески решать сложные проблемы в нестандартной ситуации;</p> <p>полное и глубокое усвоение основной, и дополнительной литературы, по изучаемой учебной дисциплине;</p> <p>умение свободно ориентироваться в теориях, концепциях и направлениях по изучаемой учебной дисциплине и давать им аналитическую оценку, использовать научные достижения других дисциплин;</p> <p>творческую самостоятельную работу на учебных занятиях, активное творческое участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.</p>
Хорошо	<p>Обучающийся демонстрирует:</p> <p>систематизированные, глубокие и полные знания по всем разделам учебной дисциплины;</p> <p>использование научной терминологии, грамотное, логически правильное изложение ответа на вопросы, умение делать обоснованные выводы и обобщения;</p> <p>владение инструментарием учебной дисциплины (методами комплексного анализа, техникой информационных технологий), умение его использовать в постановке и решении научных и профессиональных задач;</p> <p>способность решать сложные проблемы в рамках учебной дисциплины;</p> <p>свободное владение типовыми решениями;</p> <p>усвоение основной и дополнительной литературы, рекомендованной рабочей программой по учебной дисциплине;</p> <p>умение ориентироваться в теориях, концепциях и направлениях по изучаемой учебной дисциплине и давать им аналитическую оценку;</p> <p>активную самостоятельную работу на учебных занятиях, систематическое участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.</p>
Удов-летвори-тельно	<p>Обучающийся демонстрирует:</p> <p>достаточные знания в объеме рабочей программы по учебной дисциплине;</p> <p>использование научной терминологии, грамотное, логически правильно изложение ответа на вопросы, умение делать выводы без существенных ошибок;</p> <p>владение инструментарием учебной дисциплины, умение его использовать в решении учебных и профессиональных задач;</p> <p>способность самостоятельно применять типовые решения в рамках изучаемой дисциплины;</p>

	<p>усвоение основной литературы, рекомендованной рабочей программой по дисциплине;</p> <p>умение ориентироваться в базовых теориях, концепциях и направлениях по дисциплине;</p> <p>работу на учебных занятиях под руководством преподавателя, фрагментарное участие в групповых обсуждениях, достаточный уровень культуры исполнения заданий.</p>
Неудовлетворительно	<p>Обучающийся демонстрирует:</p> <p>фрагментарные знания в рамках изучаемой дисциплины; знания отдельных литературных источников, рекомендованных рабочей программой по учебной дисциплине;</p> <p>неумение использовать научную терминологию учебной дисциплины, наличие в ответе грубых, логических ошибок;</p> <p>пассивность на занятиях или отказ от ответа, низкий уровень культуры исполнения заданий.</p>

## 8.2. Вопросы, задания текущего контроля

В целях освоения компетенций, указанных в рабочей программе дисциплины, предусмотрены следующие вопросы, задания текущего контроля:

### **ПК-1 Способен самостоятельно формулировать, решать научно-исследовательские задачи, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства**

Студент должен знать:

принципы формулировки, решения научно-исследовательских задач, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства

Вопросы, задания:

1. Общая классификация хроматографических методов: - по агрегатному состоянию фаз;- по признаку природы явлений, лежащих в основе разделения.- по способу перемещения фаз;- по типу разделительного устройства;- по признаку природы разделяемых компонентов;- по цели проведения хроматографического разделения
2. Физико-химические понятия фазы, границы раздела фаз, роль поверхностного натяжения
3. Типы сорбционных процессов. Адсорбция и хемосорбция, признаки (критерии) их различия
4. Теории хроматографии и формы хроматографических пиков
5. НЖФ в ГЖХ. Ее назначение, методы нанесения НЖФ, природа НЖФ. Полярность НЖФ
6. Капиллярные и насадочные колонки, общее и различие
7. Высокоэффективная жидкостная хроматография. За счет чего достигается ее высокая эффективность разделения. Эффективность и селективность хроматографического разделения
8. Методы количественного хроматографического анализа. Задачи количественного хроматографического анализа
9. Назначение системы детектирования. Характеристики и типы хроматографических детекторов
10. Принципиальное устройство и работа катарометра, пламенно-ионизационного и пламенно-фотометрического детекторов. Их краткая характеристика

Студент должен уметь:

самостоятельно формулировать, решать научно-исследовательские задачи, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства

Задания:

1. Запишите абсолютные и относительные параметры удерживания. Индексы Ковача и определение из значений
2. Адсорбция и десорбция. Количественная характеристика сорбционного равновесия и ее характер. Нарисуйте изотермы Ленгмюра и Генри

3. Записать уравнение Керингтона
4. Эффективность хроматографической колонки и количественная ее характеристика
5. Причины размывания хроматографической зоны. Записать уравнение Ван-Деемтера
6. Нарисовать принципиальную схему газового хроматографа, жидкостного хроматографа
7. Записать абсолютные и относительные параметры удерживания
8. Хроматограмма. Нарисовать различные виды хроматограммы
9. Методика определения полярности по Роршнайдеру
10. Качественные и количественные показатели в тонкослойной хроматографии

Студент должен владеть навыками

самостоятельно формулировать, решать научно-исследовательские задачи, направленные на модернизацию и развитие существующих и создание новых технологий нефтегазового производства

Задания:

1. На хроматограмме получены пики при 0,84 мин (неудерживаемый компонент Н), при 10,60 мин (компонент Б) и 11,08 мин (компонент Г). Ширина пиков компонентов Б и Г соответствует 0,56 и 0,59 мин соответственно. Длина колонки – 28,3 см, объем стационарной фазы – 12,3 мл, подвижной фазы – 17,6 мл. Рассчитайте: а) число теоретических тарелок колонки; б) высоту, эквивалентную теоретической тарелке, укажите, что характеризует эта величина; в) коэффициент удерживания для компонентов Б и Г; г) коэффициенты распределения компонентов Б и Г; д) коэффициент селективности и разрешение пиков компонентов Б и Г. Нарисуйте хроматограмму.
2. Стандартные отклонения хроматографического пика, связанные с некоторыми факторами размывания, составляют 0,015; 0,009; 0,025 и 0,030 см. Вычислите: а) стандартное отклонение ширины пика; б) эффективность колонки (Н, мкм) длиной 20 см; в) время удерживания пика (мин), если коэффициент удерживания равен 0,25, а линейная скорость потока – 5 см/мин.
3. Рассчитайте, будет ли полным разделение веществ К и М на колонке со 100 теоретическими тарелками, если коэффициенты распределения равны 5,0 и 15,0 соответственно, удерживаемый объем неудерживаемого компонента равен 2,5 мл, объем неподвижной фазы – 1,5 мл. Рассчитайте число теоретических тарелок, достаточное для количественного определения этих веществ ( $R_s=1$ ).
4. При разделении углеводородов газожидкостной хроматографией было установлено, что на хроматографической колонке в определенных условиях время удерживания воздуха (неудерживаемый компонент) составляет 1,72 мин, а углеводородов: для н-гептана – 9,63 мин; 2-метилгептана – 12,40 мин; циклогептана – 13,19 мин, н-октана – 14,21 мин. Рассчитайте индексы удерживания Ковача для 2-метилгептана и циклогексана
5. Найдите длину колонки, необходимую для разделения веществ К и М, К и Т с разрешением 1,0, если удерживаемые объемы равны 100, 130 и 150 мл для К, М и Т соответственно. Удерживаемый объем неудерживаемого компонента – 5 мл. Высота, эквивалентная теоретической тарелке – 1 мм

### 8.3. Вопросы промежуточной аттестации

#### Шестой семестр (Зачет с оценкой)

1. Общая классификация хроматографических методов: - по агрегатному состоянию фаз; - по признаку природы явлений, лежащих в основе разделения. - по способу перемещения фаз; - по типу разделительного устройства; - по признаку природы разделяемых компонентов; - по цели проведения хроматографического разделения.
2. Система ПФ и НФ в хроматографии. Физико-химические понятия фазы, границы раздела фаз, роль поверхностного натяжения. Примеры гомофазных и гетерофазных систем
3. Причины и природа сорбционных сил
4. Движущие и тормозящие силы хроматографического процесса. Сорбционные и массообменные процессы, сопровождающие хроматографическое разделение
5. Типы сорбционных процессов. Адсорбция и хемосорбция, признаки (критерии) их различия

6. Адсорбция и десорбция. Количественная характеристика сорбционного равновесия и ее характер. Изотермы Ленгмюра и Генри
7. Теории хроматографии и формы хроматографических пиков
8. Носители для газовой хроматографии. Их назначение, гранулярный состав, природа и подготовка. Количественная характеристика развитости поверхности
9. Капиллярная колонка и условия ее применения. Газожидкостная и газоадсорбционная хроматография
10. НЖФ в ГЖХ. Ее назначение, методы нанесения НЖФ, природа НЖФ. Полярность НЖФ
11. Принципиальное устройство жидкостного хроматографа. Изократическое и градиентное элюирования
12. Капиллярные и насадочные колонки, общее и различие
13. На чем основан количественный хроматографический анализ. Понятие универсальных, селективных и специфических детекторов
14. Разделительная способность колонки. От чего она зависит?
15. Влияние температуры на хроматографическое разделение. Почему параметры удерживания воздуха допустимо использовать для определения мертвого времени
16. Тонкослойная хроматография, виды и условия ее осуществления, основы качественного и количественного анализа методом ТСХ
17. Абсолютные и относительные параметры удерживания. Индексы Ковача и определение из значений
18. Физические основы хроматографического разделения. Уравнение Керингтона
19. На чем основан количественный хроматографический анализ, параметры удерживания, что в качестве их используется, и какие они бывают
20. Методика определения полярности по Роршнайдеру
21. Материалы с развитой поверхностью. Количественная характеристика развитости поверхности. Область применения таких материалов
22. Назначение твердых носителей. Цель и методы их подготовки
23. Высокоэффективная жидкостная хроматография. За счет чего достигается ее высокая эффективность разделения. Эффективность и селективность хроматографического разделения
24. Принципиальное устройство и работа катарометра, пламенно-ионизационного и пламенно-фотометрического детекторов. Их краткая характеристика
25. Методы качественного хроматографического анализа.
26. Назначение системы детектирования. Характеристики и типы хроматографических детекторов
27. Принцип ИК спектроскопии. Использование ИК спектрометра в качестве хроматографического детектора
28. Принцип масс-спектроскопии. Использование масс-спектрометра в качестве газохроматографического детектора
29. Методы количественного хроматографического анализа. Задачи количественного хроматографического анализа
30. Принципиальная схема газового хроматографа. Типы хроматографических колонок. Содержимое хроматографической колонки. Преимущества ГЖХ
31. Сорбционное равновесие и механизм хроматографического разделения. Скорость движения хроматографической зоны
32. Жидкостная хроматография. Ее виды и область применения
33. Эффективность хроматографической колонки и количественная ее характеристика. Причины размывания хроматографической зоны. Уравнение Ван-Деемтера и его толкование

#### **8.4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности**

Промежуточная аттестация обучающихся ведется непрерывно и включает в себя: для дисциплин, завершающихся (согласно учебному плану) зачетом/зачетом с оценкой (дифференцированным зачетом), – текущую аттестацию (контроль текущей работы в

семестре, включая оценивание промежуточных результатов обучения по дисциплине, – как правило, по трем модулям) и оценивание окончательных результатов обучения по дисциплине;

для дисциплин, завершающихся (согласно учебному плану) экзаменом, – текущую аттестацию (контроль текущей работы в семестре, включая оценивание промежуточных результатов обучения по дисциплине, – как правило, по трем модулям) и семестровую аттестацию (экзамен) – оценивание окончательных результатов обучения по дисциплине.

По дисциплинам, завершающимся зачетом/зачетом с оценкой, по обязательным формам текущего контроля студенту предоставляется возможность набрать в сумме не менее 100 баллов.

Оценивание окончательных результатов обучения по дисциплине ведется по 100-балльной шкале, оценка формируется автоматически как сумма количества баллов, набранных обучающимся за выполнение заданий обязательных форм текущего контроля.

По дисциплинам, завершающимся экзаменом, по обязательным формам текущего контроля студенту предоставляется возможность набрать в сумме не менее 60 баллов.

Оценивание окончательных результатов обучения по дисциплине ведется по 100-балльной шкале, оценка формируется автоматически как сумма количества баллов, набранных обучающимся за выполнение заданий обязательных форм текущего контроля и количества баллов, набранных на семестровой аттестации (экзамене).

Система оценивания.

В соответствии с Положением о балльно-рейтинговой системе оценки успеваемости обучающихся Волгоградского государственного университета предусмотрена возможность предоставления студентам выполнения дополнительных заданий повышенной сложности (не включаемых в перечень обязательных и, соответственно, в перечень обязательного текущего контроля успеваемости) и получения за выполнение таких заданий «премиальных» баллов, - для поощрения обучающихся, демонстрирующих выдающие способности.

Текущий контроль представляет собой проверку усвоения учебного материала. К основным формам текущего контроля можно отнести устный опрос, контрольная работа, коллоквиум. Устный опрос, собеседование являются формой оценки знаний и предполагают специальную беседу преподавателя с обучающимся на темы, связанные с изучаемой дисциплиной.

Процедуры направлены на выяснение объема знаний обучающегося по определенному разделу, теме, проблеме и т.п.

Критерии оценок на устный ответ:

1.«отлично» - выставляется, если обучающийся раскрыл содержание материала в объеме, предусмотренном программой, изложил материал грамотным языком в определенной логической последовательности, точно используя терминологию данного предмета как учебной дисциплины; отвечал самостоятельно без наводящих вопросов преподавателя; успешно ответил на тестовые задания, правильно и обоснованно решил ситуационные задачи. Возможны одна – две неточности при освещении второстепенных вопросов или в выкладках, которые обучающийся легко исправил по замечанию преподавателя.

2.«хорошо» - выставляется, если ответ обучающегося удовлетворяет в основном требованиям на отметку «отлично», но при этом имеет место один из недостатков: допущены одна - две неточности при освещении основного содержания ответа, исправленные по замечанию преподавателя; допущены ошибка или более двух неточностей при освещении второстепенных вопросов или в выкладках, легко исправленные по замечанию преподавателя.

3.«удовлетворительно» - выставляется в следующих случаях: неполно или непоследовательно раскрыто содержание материала, имеются ошибки при ответах на тесты, неточности в решении ситуационных задач, но показано общее понимание вопроса и продемонстрированы умения, достаточные для дальнейшего усвоения материала, определенного учебной программой дисциплины.

4.«неудовлетворительно» - выставляется в случаях, если не раскрыто основное содержание учебного материала; обнаружено незнание или неполное понимание обучающимся большей

или наиболее важной части учебного материала; допущены грубые ошибки при ответах на вопросы собеседования, неправильно решены ситуационные задачи, допущены ошибки в ответах на тесты, допущены ошибки в определении понятий при использовании специальной терминологии в рисунках, схемах, которые не исправлены после нескольких наводящих вопросов преподавателя

Контрольная работа применяется для оценки знаний, умений, навыков по дисциплине.

Максимальный балл за контрольную работу - 40.

Контрольная работа :

1. На хроматограмме получены пики при 0,84 мин (неудерживаемый компонент Н), при 10,60 мин (компонент Б) и 11,08 мин (компонент Г). Ширина пиков компонентов Б и Г соответствует 0,56 и 0,59 мин соответственно. Длина колонки – 28,3 см, объем стационарной фазы – 12,3 мл, подвижной фазы – 17,6 мл. Рассчитайте: а) число теоретических тарелок колонки; б) высоту, эквивалентную теоретической тарелке, укажите, что характеризует эта величина; в) коэффициент удерживания для компонентов Б и Г; г) коэффициенты распределения компонентов Б и Г; д) коэффициент селективности и разрешение пиков компонентов Б и Г. Нарисуйте хроматограмму.

2. Стандартные отклонения хроматографического пика, связанные с некоторыми факторами размытия, составляют 0,015; 0,009; 0,025 и 0,030 см. Вычислите: а) стандартное отклонение ширины пика; б) эффективность колонки (Н, мкм) длиной 20 см; в) время удерживания пика (мин), если коэффициент удерживания равен 0,25, а линейная скорость потока – 5 см/мин.

3. При разделении углеводородов газожидкостной хроматографией было установлено, что на хроматографической колонке в определенных условиях время удерживания воздуха (неудерживаемый компонент) составляет 1,72 мин, а углеводородов: для н-гептана – 9,63 мин; 2-метилгептана – 12,40 мин; циклогептана – 13,19 мин, н-октана – 14,21 мин. Рассчитайте индексы удерживания Ковача для 2-метилгептана и циклогексана.

4. При газохроматографическом анализе очищенного продукта на содержание толуола в качестве внутреннего стандарта использовали трет-бутилбензол. Вначале проведи анализ стандартной смеси, содержащей по 0,050 % (масс.) толуола и трет-бутилбензола, и получили хроматографические пики высотой 4,70 и 4,20 см соответственно. При анализе продукта ввели 0,045 % (масс.) стандарта и получили хроматограмму, на которой высоты пиков толуола и трет-бутилбензола составили 5,21 и 4,11 см соответственно. Какова массовая доля (%) толуола в пробе?

5. Рассчитайте, будет ли полным разделение веществ К и М на колонке со 100 теоретическими тарелками, если коэффициенты распределения равны 5,0 и 15,0 соответственно, удерживаемый объем неудерживаемого компонента равен 2,5 мл, объем неподвижной фазы – 1,5 мл. Рассчитайте число теоретических тарелок, достаточное для количественного определения этих веществ ( $R_s=1$ ).

6. Найдите длину колонки, необходимую для разделения веществ К и М, К и Т с разрешением 1,0, если удерживаемые объемы равны 100, 130 и 150 мл для К, М и Т соответственно. Удерживаемый объем неудерживаемого компонента – 5 мл. Высота, эквивалентная теоретической тарелке – 1 мм.

7. На хроматографической колонке соединение М имеет коэффициент распределения 10, а соединение К - 15. Объем неподвижной фазы – 0,5 мл, подвижной = 1,5 мл, скорость подачи подвижной фазы равна 0,5 мл/мин. Рассчитайте удерживаемый объем, время удерживания и коэффициент удерживания каждого компонента.

8. Времена удерживания декана и ундекана в выбранных условиях на хроматографической колонке составляют 22,5 и 26,8 мин соответственно. Рассчитайте индекс Ковача для соединения А, если его время удерживания составляет 25,3 мин, а «мертвое время» колонки равно 5,0 мин.

9. На газовом хроматографе с ДИП с использованием метода внутреннего стандарта в крови был определен этанол. В качестве внутреннего стандарта использовали этилбензол. При анализе раствора, содержащего по 2 мг/мл этанола и этилбензола получены

хроматографические пики площадью 401 мм<sup>2</sup> и 859 мм<sup>2</sup> соответственно. Для определения этанола в крови к 1 мл образца добавили 2 мг этилбензола и получили хроматограмму, на которой площадь пика этанола составила 425 мм<sup>2</sup>, этилбензола – 1230 мм<sup>2</sup>. Рассчитайте концентрацию (мг/мл) этанола в крови.

10. Рассчитайте массовую долю (%) компонентов газовой смеси по следующим дан-ным:

Газ	Пропан	Бутан	Пентан	Циклогексан
S, мм <sup>2</sup>	205	170	165	40
f <sub>i</sub>	0,63	0,65	0,69	0,85

Коллоквиум проводится в конце семестра для оценки полученных знаний по дисциплине. В каждом варианте по два вопроса. Максимальный балл - 40.

Вопросы коллоквиума:

1. Общая классификация хроматографических методов :

- по агрегатному состоянию фаз;
- по признаку природы явлений, лежащих в основе разделения.
- по способу перемещения фаз;
- по типу разделительного устройства;
- по признаку природы разделяемых компонентов;
- по цели проведения хроматографического разделения.

2. Система ПФ и НФ в хроматографии. Физико-химические понятия фазы, границы раздела фаз, роль поверхностного натяжения. Примеры гомофазных и гетерофазных систем.

3. Причины и природа сорбционных сил.

4. Движущие и тормозящие силы хроматографического процесса. Сорбционные и массообменные процессы, сопровождающие хроматографическое разделение.

5. Типы сорбционных процессов. Адсорбция и хемосорбция, признаки (критерии) их различия.

6. Адсорбция и десорбция. Количественная характеристика сорбционного равновесия и ее характер. Изотермы Ленгмюра и Генри.

7. Теории хроматографии и формы хроматографических пиков.

8. Носители для газовой хроматографии. Их назначение, гранулярный состав, природа и подготовка. Количественная характеристика развитости поверхности.

9. Капиллярная колонка и условия ее применения. Газожидкостная и газоадсорбционная хроматография.

10. НЖФ в ГЖХ. Ее назначение, методы нанесения НЖФ, природа НЖФ. Полярность НЖФ.

11. Принципиальное устройство жидкостного хроматографа. Изократическое и градиентное элюирования.

12. Капиллярные и насадочные колонки, общее и различие.

13. Количественный хроматографический анализ. Параметры удерживания. Понятие универсальных, селективных и специфических детекторов.

14. Разделительная способность колонки.

15. Влияние температуры на хроматографическое разделение.

16. Тонкослойная хроматография, виды и условия ее осуществления, основы качественного и количественного анализа методом ТСХ.

17. Абсолютные и относительные параметры удерживания. Индексы Ковача и определение из значений.

18. Физические основы хроматографического разделения. Уравнение Керингтона.

20. Методика определения полярности по Роршнайдеру.

21. Материалы с развитой поверхностью. Количественная характеристика развитости поверхности. Область применения таких материалов.

22. Назначение твердых носителей. Цель и методы их подготовки.

23. Высокоэффективная жидкостная хроматография.

24. Принципиальное устройство и работа катарометра, пламенно-ионизационного и пламенно-фотометрического детекторов. Их краткая характеристика.

25. Методы качественного хроматографического анализа.

26. Назначение системы детектирования. Характеристики и типы хроматографических детекторов.
27. Принцип ИК спектроскопии. Использование ИК спектрометра в качестве хроматографического детектора.
28. Принцип масс-спектроскопии. Использование масс-спектрометра в качестве газохроматографического детектора.
29. Методы количественного хроматографического анализа. Задачи количественного хроматографического анализа.
30. Принципиальная схема газового хроматографа. Типы хроматографических колонок. Содержимое хроматографической колонки. Преимущества ГЖХ.
31. Сорбционное равновесие и механизм хроматографического разделения. Скорость движения хроматографической зоны.
32. Жидкостная хроматография. Ее виды и область применения.
33. Эффективность хроматографической колонки и количественная ее характеристика. Причины размывания хроматографической зоны. Уравнение Ван-Деемтера и его толкование.

Зачет служит формой проверки усвоения учебного материала по дисциплине. В качестве итоговой оценки по дисциплине по решению преподавателя и с согласия студента могут быть использованы результаты текущего контроля.

Знания, умения и навыки студента определяются следующими оценками: 91-100 баллов – «отлично», 71-90 баллов – «хорошо», 60-70 баллов – «удовлетворительно».

## **9. Перечень основной и дополнительной учебной литературы**

### **9.1 Основная литература**

1. Александрова Э. А., Гайдукова Н. Г. Аналитическая химия в 2 книгах. книга 2. физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: - Издание испр. и доп а3-е изд - Бакалавр. Прикладной курс, 2018. - 355 с. - Режим доступа: <http://www.biblio-online.ru/book/5728E902-5909-46A1-8E5F-C4AB610389CD>
2. Валова (Копылова) Валентина Дмитриевна Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: - Дашков и К, 2018. - 224 с. - Режим доступа: <http://znanium.com/go.php?id=430532>
3. Жебентяев, А. И. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное - Новое знание, 2017. - 206 с. - Режим доступа: <http://new.znanium.com/go.php?id=520527>

### **9.2 Дополнительная литература**

1. Цвет М.С. Хроматографический адсорбционный анализ [Электронный ресурс]: - Антология мысли, 2018. - 206 с. - Режим доступа: <http://www.biblio-online.ru/book/7FDE4AC8-A855-49E5-9C33-ED0EFA558721>

В качестве учебно-методического обеспечения могут быть использованы другие учебные, учебно-методические и научные источники по профилю дисциплины, содержащиеся в электронно-библиотечных системах, указанных в п. 11.2 «Электронно-библиотечные системы».

### **9.3. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»**

1. <https://www.book.ru/> - Электронно-библиотечная система
2. <https://e.lanbook.com/> - Электронно-библиотечная система
3. <https://biblio-online.ru/> - Электронная библиотека
4. <http://www.edu.ru>. - Федеральный портал «Российское образование»:
5. <http://window.edu.ru/library> - Федеральный образовательный портал. Библиотека. Единое окно доступа к образовательным ресурсам
6. <https://volsu.ru/umnik> - Образовательный портал Волгоградского государственного университета «УМНИК»

7. <http://lib.volsu.ru> - Электронная библиотека Волгоградского государственного университета

8. <http://ibooks.ru/> - Электронная библиотечная система учебной и научной литературы

9. <http://elibrary.ru> - Научная электронная библиотека

### **10. Методические указания по освоению дисциплины для лиц с ОВЗ и инвалидов**

При необходимости обучения студентов-инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья аудиторные занятия могут быть заменены или дополнены изучением полнотекстовых лекций, презентаций, видео- и аудиоматериалов в электронной информационно-образовательной среде (ЭИОС) университета. Индивидуальные задания подбираются в адаптированных к ограничениям здоровья формах (письменно или устно, в форме презентаций). Выбор методов обучения зависит от их доступности для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья.

В целях реализации индивидуального подхода к обучению студентов, осуществляющих учебный процесс по индивидуальной траектории в рамках индивидуального учебного плана (при необходимости), изучение данной дисциплины базируется на следующих возможностях:

- индивидуальные консультации преподавателя;
- максимально полная презентация содержания дисциплины в ЭИОС (в частности, полнотекстовые лекции, презентации, аудиоматериалы, тексты для перевода и анализа и т.п.).

### **11. Перечень информационных технологий**

В учебном процессе активно используются информационные технологии с применением современных средств телекоммуникации; электронные учебники и обучающие компьютерные программы. Каждый обучающийся обеспечен неограниченным доступом к электронной информационно-образовательной среде (ЭИОС) университета. ЭИОС предоставляет открытый доступ к учебным планам, рабочим программам дисциплин (модулей), практик, к электронным библиотечным системам и электронным образовательным ресурсам.

#### **11.1 Перечень программного обеспечения**

**(обновление производится по мере появления новых версий программы)**

1. 7-zip
2. Microsoft Windows (не ниже XP)
3. Microsoft Office (не ниже 2003)
4. Антивирус Kaspersky
5. Adobe Acrobat Reader
6. Специальное программное обеспечение указывается в методических материалах по ОПОП (при необходимости)

#### **11.2 Современные профессиональные базы данных и информационно-справочные системы, в т.ч. электронно-библиотечные системы**

**(обновление выполняется еженедельно)**

Название	Краткое описание	URL-ссылка
Научная электронная библиотека	Крупнейший российский информационный портал в области науки, технологии, медицины и образования.	<a href="http://elibrary.ru/">http://elibrary.ru/</a>
ЭБС "Лань"	Электронно-библиотечная система	<a href="https://e.lanbook.com/">https://e.lanbook.com/</a>
ЭБС Znanium.com	Электронно-библиотечная система	<a href="https://znanium.com/">https://znanium.com/</a>
ЭБС BOOK.ru	Электронно-библиотечная система	<a href="https://www.book.ru/">https://www.book.ru/</a>
ЭБС Юрайт	Электронно-библиотечная система	<a href="https://www.biblio-online.ru/">https://www.biblio-online.ru/</a>
Scopus	Scopus – крупнейшая единая база данных, содержащая аннотации и информацию о	<a href="http://www.scopus.com/">http://www.scopus.com/</a>

	цитируемости рецензируемой научной литературы, со встроенными инструментами отслеживания, анализа и визуализации данных. В базе содержится 23700 изданий от 5000 международных издателей, в области естественных, общественных и гуманитарных наук, техники, медицины и искусства.	
Web of Science	Наукометрическая реферативная база данных журналов и конференций. С платформой Web of Science вы можете получить доступ к непревзойденному объему исследовательской литературы мирового класса, связанной с тщательно отобранным списком журналов, и открыть для себя новую информацию при помощи скрупулезно записанных метаданных и ссылок.	<a href="https://apps.webofknowledge.com/">https://apps.webofknowledge.com/</a>
КонсультантПлюс	Информационно-справочная система	<a href="http://www.consultant.ru/">http://www.consultant.ru/</a>
Гарант	Информационно-справочная система по законодательству Российской Федерации	<a href="http://www.garant.ru/">http://www.garant.ru/</a>
Научная библиотека ВолГУ им О.В. Иншакова		<a href="http://library.volsu.ru/">http://library.volsu.ru/</a>

## 12. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа представляют собой специальные помещения, в состав которых входят специализированная мебель и технические средства обучения.

Учебные аудитории для проведения лабораторных работ представляют собой компьютерные классы или лаборатории, оснащенные лабораторным оборудованием, в зависимости от степени сложности.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети «Интернет» и обеспечением доступа в ЭИОС ВолГУ.