

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ЛЬВІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ імені ІВАНА ФРАНКА

Кафедра аналітичної хімії

“ЗАТВЕРДЖУЮ”
Проректор з наукової роботи,
чл.-кор. НАНУ, проф.

_____ Р.Є. Гладішевський

“_____” _____ 2016 року

РОБОЧА ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

ХРОМАТОГРАФІЯ

напрямок підготовки _____ 102 “Хімія” _____

спеціальність _____

спеціалізація _____ — _____

факультет _____ хімічний _____

Львів – 2016 рік

Робоча програма Хроматографія

за напрямом підготовки _____, спеціальністю 102 “Хімія”, 10 с.

Врублевська Т.Я., доцент кафедри аналітичної хімії, к.х.н., доцент

Розробники: (вказати авторів, їхні посади, наукові ступені та вчені звання)

Робоча програма затверджена на засіданні кафедри (предметної комісії) аналітичної хімії

Протокол від. “21” червня 2016 року № 19

Завідувач кафедри аналітичної хімії, доц. _____ (Дубенська Л.О.)
(підпис) (прізвище та ініціали)
“ _____ ” _____ 2016 року

Схвалено методичною комісією хімічного факультету

Протокол № 63 від “22” червня 2016 р.

Голова методичної комісії, проф. _____ М.Д. Обушак
“ _____ ” _____ 2016 р.

Схвалено Вченою радою хімічного факультету

Протокол № _____ від “ _____ ” _____ 2016 р.

Декан хімічного факультету, проф. _____ Я.М. Каличак
“ _____ ” _____ 2016 р.

1. ОПИС НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

Найменування показників	Галузь знань, напрям підготовки, освітньо-кваліфікаційний рівень	Характеристика навчальної дисципліни
<i>Кількість кредитів – 5</i>	Галузь знань 10 - “Природничі науки”	<i>денна форма навчання</i>
<i>Модулів – 1</i>		Нормативна
<i>Змістових модулів – 7</i>	Напрямок	<i>Рік підготовки: 1</i>
<i>Загальна кількість годин: 150</i>		<i>Семестр: 2-й</i>
<i>Тижневих годин: аудиторних – 4</i>	Спеціальність 102 “Хімія”	<i>Лекції: 32 год</i>
<i>самостійна робота – 5,4</i>		<i>Лабораторні роботи: 32 год</i>
		<i>Самостійна робота: 86 год</i>
	<i>Освітньо-кваліфікаційний рівень – магістр</i>	<i>Вид контролю: іспит</i>
Співвідношення кількості годин аудиторних занять до самостійної роботи становить 1: 1,3		

2. МЕТА ТА ЗАВДАННЯ НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

Метою і завданням навчальної дисципліни "Хроматографія" є поглиблене вивчення теорії та практики хроматографічних методів аналізу.

Предмет навчальної дисципліни "Хроматографія" включає теорію та практику хроматографічних методів аналізу, кількісне визначення мікрокількостей речовин, їх розділення та концентрування за допомогою різних варіантів хроматографічного методу.

Вимоги до знань та вмінь.

Студент повинен знати:

- правила техніки роботи в лабораторії хроматографічних методів аналізу;
- класифікацію хроматографічних методів аналізу;
- основні різновиди хроматографічних методів аналізу;
- хіміко-аналітичні характеристики хроматографічного методу;
- будову апаратури та устаткування в хроматографії;
- основні галузі застосування хроматографії.

Студент повинен вміти:

- проводити кількісний та якісний хроматографічний аналіз;
- самостійно обирати різновид хроматографії для проведення аналізу складного об'єкту;
- самостійно обирати оптимальні умови хроматографічних визначень суміші компонентів;
- проводити статистичну обробку результатів аналізу;
- розв'язувати розрахункові задачі з хроматографічних методів аналізу.

Місце в структурно-логічній схемі спеціальності. Навчальна дисципліна "Хроматографія" є складовою циклу професійної підготовки фахівців галузі знань 10 “Природничі науки”, спеціальності 102 “Хімія”. Одержані знання з цієї дисципліни знадобляться випускникам при роботі в хімічних лабораторіях різноманітних галузей господарства, наукових та дослідницьких лабораторіях.

3. ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 1. Загальна характеристика хроматографічних методів аналізу. Класифікація хроматографічних методів.

Лекція 1-2. Загальна характеристика хроматографічних методів аналізу. Основні аспекти розвитку хроматографії: аналітичний, препаративний, метод розділення та концентрування. Термінологія, загальні положення хроматографічного аналізу. Класифікація хроматографічних методів (за природою сил міжфазової взаємодії; за агрегатним станом; за способом виконання аналізу). Роль і місце хроматографічних методів в аналізі високочистих речовин, об'єктів довкілля, фармації, біохімії, їхня роль і місце в аналітичній хімії.

Лекція 3. Способи одержання хроматограм (елюентний, витискувальний, фронтальний). Базові хроматографічні параметри: висота і площа хроматографічного піку; утримуваний час, об'єм. Основні теорії хроматографічного розділення (хроматографічних теоретичних тарілок, кінетично-дифузійна теорія).

Лабораторна робота 1. Визначення цинку і свинцю в мідних сплавах з попереднім відокремленням їх на аніоніті. (8 год.).

1. Допуск до роботи. Ознайомлення з апаратурою та обладнанням.
2. Виготовлення стандартних та робочих розчинів. Одержання контрольної задачі.
3. Проведення вимірювань.
4. Обробка одержаних експериментальних даних та оформлення роботи.
5. Захист роботи.

Завдання для самостійної роботи (18 год)

1. Альтернативні класифікації хроматографічних методів аналізу.
2. Розв'язування задач на основі теоретичного матеріалу теми.
3. Опрацювання лекційного матеріалу.
4. Теоретична підготовка до лабораторної роботи.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 2. Адсорбційна хроматографія.

Лекція 4. Типи хроматографії: молекулярна, хемосорбційна. Хроматографія на колонках та на папері. Рідинна колонкова хроматографія. Адсорбційна хроматографія. Теоретичні основи. Рівняння Ленгмюра, Генрі, Френдліха. Коефіцієнт розподілу.

Лекція 5. Адсорбційна хроматографія. Теорії еквівалентних тарілок та кінетична в адсорбційній хроматографії. Найпоширеніші типи адсорбентів. Критерії їх вибору. Розчинники, вимоги до них та їх вибір. Розділення речовин даним методом.

Лабораторна робота 2. Розділення неорганічних іонів методом паперової хроматографії. (6 год.).

1. Допуск до роботи. Ознайомлення з апаратурою та обладнанням.
2. Виготовлення стандартних та робочих розчинів. Одержання контрольної задачі.
3. Проведення вимірювань.
4. Обробка одержаних експериментальних даних та оформлення практичної роботи.
5. Захист практичної роботи.

Завдання для самостійної роботи (20 год)

1. Вибір теоретичних оптимальних умов проведення хроматографічного визначення з урахуванням теорії теоретичних тарілок та кінетично-дифузійної теорії.
2. Розв'язування задач на основі теоретичного матеріалу теми.
3. Опрацювання лекційного матеріалу.
4. Теоретична підготовка до лабораторної роботи.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 3. Газова хроматографія.

Лекція 6-7. Газова хроматографія. Газо-адсорбційна та газо-рідинна хроматографія. Апаратура. Хроматографічні колонки. Термостати. Детектори (термопровідності, термохімічний, полуменево-фотометричний, полуменево-іонізаційний, електронного захоплення, термоіонний, фотоіонізаційний, хемілюмінесцентний). Їх будова та основні принципи роботи.

Лекція 8. Газова хроматографія. Підготовка зразка до аналізу. Якісний та кількісний аналіз. Кількісна обробка хроматограм: метод нормування, внутрішнього стандарту і абсолютного градування. Переваги та недоліки кожного зі способів та їх порівняльна характеристика.

Лабораторна робота 3. Осадова хроматографія. Якісний аналіз галогенідів. (4 год.).

1. Допуск до роботи. Ознайомлення з апаратурою та обладнанням.
2. Виготовлення стандартних та робочих розчинів. Одержання контрольної задачі.
3. Проведення досліджень.
4. Обробка одержаних експериментальних даних та оформлення практичної роботи.
5. Захист практичної роботи.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 4. Розподільча хроматографія.

Лекція 9-10. Розподільча хроматографія. Розподіл речовин між рухомою та нерухомою фазами. Роботи Мартіна і Сінга. Динамічний коефіцієнт розподілу роботи Фукса. Носії та розчинники в розподільчій хроматографії, вимоги до них та їх вибір.

Лабораторна робота 4. Визначення фактору розділення методом іонообмінної хроматографії (8 год.).

1. Допуск до роботи. Ознайомлення з апаратурою та обладнанням.
2. Виготовлення стандартних та робочих розчинів. Одержання контрольної задачі.
3. Проведення вимірювань.
4. Обробка одержаних експериментальних даних та оформлення роботи.
5. Захист роботи.

Завдання для самостійної роботи (20 год)

1. Практичні аспекти використання розподільчої хроматографії.
2. Розв'язування задач на основі теоретичного матеріалу теми.
3. Опрацювання лекційного матеріалу.
4. Теоретична підготовка до лабораторної роботи.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 5. Іонообмінна хроматографія. Осадова хроматографія.

Лекція 11-12. Іонообмінна хроматографія. Класифікація іонів. Методи одержання іонів. Основні закономірності іонообміну. Константа іонообміну. Статика та кінетика іонного обміну. Роботи Нікольського і Гапона. Іонний обмін, як мембранна рівновага. Вибірковість іонного обміну. Розділення речовин методом іонного обміну. Осадова хроматографія. Теоретичні принципи методу. Застосування осадової хроматографії. Роль адсорбційних процесів у формуванні зон хроматограми. Вторинні явища.

Завдання для самостійної роботи (20 год)

1. Практичні приклади використання іонообмінної та осадової хроматографії.
2. Розв'язування задач на основі теоретичного матеріалу теми.
3. Опрацювання лекційного матеріалу.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 6. Сучасні напрямки розвитку хроматографічних методів.

Лекція 13. Сучасні напрямки розвитку хроматографічних методів. Хроматомас-спектрометрія. Способи іонізації, різні типи мас-аналізаторів. Ідентифікація компонентів складних сумішей. Використання методу у вирішенні різних екологічних проблем. Високоєфективна капілярна газова хроматографія; гель-проникаюча хроматографія, надкритична флюїдна хроматографія. Методи on-line аналізу.

Завдання для самостійної роботи (20 год)

1. Флюїдна хроматографія. Основи методу.
2. Розв'язування задач на основі теоретичного матеріалу теми.
3. Опрацювання лекційного матеріалу.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 7. Провідбір та пробопідготовка в хроматографічному аналізі

Лекція 14. Пробовідбір. Види проб та вимоги до них. Способи відбору проб у хроматографії.

Лабораторна робота 5. Розділення амінокислот методом тонкошарової хроматографії. (6 год.).

1. Допуск до роботи. Ознайомлення з апаратурою та обладнанням.
2. Виготовлення стандартних та робочих розчинів. Одержання контрольної задачі.
3. Проведення вимірювань.
4. Обробка одержаних експериментальних даних та оформлення практичної роботи.
5. Захист практичної роботи.

Лекція 15. Відбір проб об'єктів довкілля для проведення хроматографічного аналізу.

Лекція 16. Методи підготовки проб різних зразків до аналізу у хроматографії.

Завдання для самостійної роботи (18 год)

1. Характеристика засобів пробовідбору для різних об'єктів при проведенні хроматографічного аналізу. Транспортування проб.
2. Розв'язування задач на основі теоретичного матеріалу теми.
3. Опрацювання лекційного матеріалу.
4. Теоретична підготовка до лабораторної роботи.

4. Структура навчальної дисципліни

ЗМІСТОВО ГО	НАЗВИ ЗМІСТОВИХ МОДУЛІВ І ТЕМ	Кількість годин			
		л	п	лаб	ср
Блок змістових модулів Хроматографія					
1	Загальна характеристика хроматографічних методів аналізу. Класифікація хроматографічних методів.	6		8	18
2	Адсорбційна хроматографія.	4		6	10
3	Газова хроматографія.	6		4	10
4	Розподільча хроматографія.	4		8	10
5	Іонообмінна хроматографія. Осадова хроматографія.	4			10
6	Сучасні напрямки розвитку хроматографічних методів. Розв'язування розрахункових задач з хроматографії.	2			10
7	Провідбір та пробопідготовка в хроматографічному аналізі	6		6	18
Модульна робота (колоквиум).					
Всього годин		32		32	86

7. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	К-сть год
1	Визначення цинку і свинцю в мідних сплавах з попереднім відокремленням їх на аніоніті.	8
2	Розділення неорганічних іонів методом паперової хроматографії.	6
3	Осадова хроматографія. Якісний аналіз галогенідів.	4
4	Визначення фактору розділення методом іонообмінної хроматографії.	8
5	Розділення амінокислот методом тонкошарової хроматографії.	6
	Разом	32

8. Самостійна робота

№ з/п	Назва теми	К-сть год
1	Альтернативні класифікації хроматографічних методів аналізу.	18
2	Вибір теоретичних оптимальних умов проведення хроматографічного визначення з урахуванням теорії теоретичних тарілок та кінетично-дифузійної теорії.	10
3	Практичні аспекти використання розподільчої хроматографії.	20
4	Практичні приклади використання іонообмінної та осадової хроматографії.	10
5	Флюїдна хроматографія. Основи методу.	10
6	Характеристика засобів пробовідбору для різних об'єктів при проведенні хроматографічного аналізу. Транспортування проб.	18
	Разом	86

11. МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ТА РОЗПОДІЛ БАЛІВ

Контроль вивчення даного курсу здійснюється шляхом контрольних опитувань з теоретичних питань, а також за результатами виконання і захисту лабораторних робіт.

Контрольні запитання до змістового модуля

1. Які аналітичні проблеми вирішують на основі теорії хроматографічного аналізу?
2. Що таке "елюювання"? Охарактеризуйте головні параметри кривої елюювання.
3. На підставі якого параметра кривої елюювання проводять якісну ідентифікацію компонентів суміші, що аналізують?
4. Як проводять кількісний аналіз на основі кривих елюювання?
5. Наведіть головне рівняння лінійно-ідеальної хроматографії.
6. В якому агрегатному стані можуть перебувати сорбенти, що використовуються в рідинній колонковій хроматографії?
7. Поясніть принцип приготування нерухомої рідкої фази.
8. Яку перевагу мають мікроколонки, зокрема капілярні, перед макроколонками? У чому полягає суть високоефективної рідинної хроматографії?
9. Як залежить висота, еквівалентна теоретичній тарілці, від швидкості потоку елюенту?
10. Які типи детекторів використовують у рідинній колонковій хроматографії та в чому полягає принцип їхньої дії?
11. Які властивості повинні мати адсорбенти, що використовують в рідинній адсорбційній хроматографії?
12. Які властивості повинна мати рухома фаза (розчинник), що використовується в рідинній адсорбційній хроматографії?
13. Які властивості повинні мати носії (тверда фаза), що використовують у рідинній розподільчій хроматографії?
14. У чому суть рідинної розподільчої хроматографії з "оберненою" (зворотною) фазою?
15. У чому суть молекулярно-ситової хроматографії? Які тверді фази використовують у цьому виді хроматографічного аналізу?
16. Як встановлюють повну обмінну ємність іонів у статичних та динамічних умовах? В яких одиницях її визначають?
17. У чому полягає різниця між газоадсорбційною та газорідинною хроматографією? Яка різниця у механізмах розділення сумішей цими методами?
18. Які вимоги ставлять до нерухомої і рухомої фаз у методах газової хроматографії?
19. Які вимоги ставлять до твердих адсорбентів, що використовують в газоадсорбційній хроматографії?
20. Чим зумовлена висока роздільна здатність газохроматографічних методів та їхня відносно висока швидкість?
21. Які гази використовуються як рухома фаза в газовій хроматографії?
22. Чим зумовлена висока чутливість газохроматографічних методів?
23. Які найпоширеніші детектори використовують в газовій хроматографії?
24. Як розшифровують хроматограму?
25. Як розраховують час утримування за хроматограмою?
26. Як впливає швидкість газу-носія на ширину хроматографічного піку?
27. Які методи обробки хроматографічних піків застосовують при кількісних визначеннях?
28. Які способи кількісного визначення застосовують в газовій хроматографії?
29. Які сполуки можна визначати методом газової хроматографії?
30. В чому полягає зміст іонної хроматографії?
31. Які різновиди хроматографічних методів включає іонообмінна хроматографія?
32. Яку властивість мають іонообмінні сорбенти (іоніти), що відрізняє їх від молекулярних сорбентів?
33. Які активні групи входять у склад іонітів?
34. Як розраховують константу іонного обміну?
35. На які групи поділяються іонообмінні сорбенти залежно від природи "каркасу" й іоногенних груп? Які їхні головні властивості?
36. Який механізм іонного обміну у статичних і динамічних умовах?

37. Які іони називають моно-, а які – поліфункціональними? Які з них найчастіше використовують в аналізі і чому?
38. Яка роль матриці іона?
39. Які іоногенні групи входять до складу катіонів?
40. Які іоногенні групи входять до складу аніонів? Як впливає кислотність розчину на рівновагу аніонного обміну? Напишіть реакції іонообмінної сорбції сульфат-іонів на аніонітах різного типу в OH^- -формі та тетрахлоридного комплексу Pb(II) на аніоніті, який містить первинні аміногрупи в Cl^- -формі.
41. Від яких властивостей іонів залежить кінетика іонного обміну?
42. Наведіть можливі схеми іонообмінного розділення катіонів, аніонів та амфотерних елементів.
43. Яким показником характеризується швидкість переміщення речовини у тонкому шарі сорбенту і на папері?
44. Які різновиди хроматографії відносяться до планарної хроматографії?
45. Порівняйте переваги та недоліки площинної хроматографії перед колонковою хроматографією.
46. Основи розподілу речовин між двома рідкими фазами.
47. Як пояснити самовільне просування рухомої фази вздовж шару сорбенту у площинній хроматографії?
48. Які вимоги ставляться до нерухомої рідкої фази і сорбенту у площинній хроматографії?
49. Як здійснюється вибір розчинників у планарній хроматографії?
50. Які фактори впливають на формування зон в осадовій хроматографії?
51. Носії та осадники в осадовій хроматографії та вимоги до них.
52. Причини виникнення вторинних явищ в осадовій хроматографії.
53. Для вирішення яких аналітичних завдань використовують осадову хроматографію?

Система контролю знань та умови одержання заліку. Навчальна дисципліна "Хроматографія" оцінюється за модульно-рейтинговою системою. Вона складається з **одного** блоку змістових модулів. Результати навчальної діяльності студентів оцінюються за 100-бальною шкалою. За семестр студент може отримати 50 балів та 50 балів за іспит.

Рейтингове оцінювання контролю знань студентів (у балах)

№	Види контролю	Кількість видів	Бали	Сума балів
1	Колоквіум (модульна робота)	1	10	10
2	Допуск до практичної роботи	5	3	15
3	Виконання і захист практичної роботи	5	5	25
	Іспит			50
Загальна сума балів за семестр				100

Критерії оцінювання практичної роботи з курсу "Хроматографія".

Оцінювання практичної роботи здійснюється на двох етапах:

- Допуск до практичної роботи, який максимально може бути оцінений в 3 бали. На допуск до практичної роботи виносять підготовку до роботи та питання щодо методики її виконання, типову будову приладу та принцип роботи його основних вузлів. Основні фізичні та хімічні закони методу.
- Виконання і захист практичної роботи, який максимально може бути оцінений у 5 балів. Під час захисту практичної роботи оцінюють техніку виконання роботи, отримані результати та теоретичні основи. Результат вважається добрим, якщо відносна похибка визначення не перевищує 5 %, задовільним – відносна похибка визначення є в межах 5-10 %, незадовільним – більше 10 %. Робота з незадовільним результатом не зараховується і повинна бути переробленою.

Критерії оцінювання захисту роботи такі: захист вважається відмінним при безпомилковому знанні теоретичних основ і методики виконання роботи, добрим – при допущенні несуттєвих помилок або неточностей, задовільним – при допущенні окремих значних помилок, незадовільним – при відсутності розуміння теоретичних основ та методики роботи.

Підсумкова оцінка

Оцінювання знань

Бал	ECTS	Оцінка	
90-100	A	5	Відмінно
81-89	B	4	Добре
71-80	C		
61-70	D	3	Задовільно
51-60	E		
30-50	FX	2	Можлива перездача іспиту
0-29	F		Повторення всього курсу

14. РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

ОСНОВНА:

1. Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Лисенко О.М. Основи хроматографічного аналізу. –К.: ВГЦКДУ, 2002. –121 с.
2. Мицуике А. Методы концентрирования микроэлементов в неорганическом анализе /Пер. с англ. – М.: Химия, 1986. –152с.
3. Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Калабіна Л.В. Аналітична хімія природного середовища. – К.: Либідь 1996. –301 с.
4. Набиванець Б.И., Мазуренко Е.А. Хроматографический анализ. –К.: Вища школа, 1979.
5. James M. Miller Chromatography: concepts and contrasts.– New York/ Chichester/ Brisbane/ Toronto/ Singapore: John Wiley & Sons, 2004. – 294p. **(djvu)**
6. Cazes J., Scott R.P.W. Chromatography Theory.– New York/ Basel: Marsel Dekker, Inc, 2002.– 477p. **(djvu)**
7. Айвазов Б.В. Введение в хроматографию. –М.: Высшая школа, 1983.
8. Белявская Т.А., Большова Г.А., Брикина Г.Д. Хроматография неорганических веществ: Практическое руководство. –М.: Высшая школа, 1986.
9. Березкин В.Г., Татаринская В.С. Газохроматографические методы анализа примесей. – М.: Наука, 1970.
10. Количественный анализ хроматографическими методами / Под ред. Э.Кэц. –М.: Мир, 1990.
11. Ракс В.А., Єсауленко А.М. Сучасна хроматографія на гребені хвилі прогресу. Навчальний посібник. –К.: Аванпост, 2014. – 168 с.

ДОДАТКОВА:

1. Вяхирев Д.А., Шушунова А.Ф. Руководство по газовой хроматографии. – М.: Высшая школа, 1975.
2. Гельферих Ф. Иониты. –М.: Иностран. лит., 1962.
3. Количественный анализ хроматографическими методами / Под ред. Э.Кэц. –М.: Мир, 1990.
4. Мархол М. Ионообменники в аналитической химии: В 2 ч. –М.: Мир, 1985. **(djvu)**
5. Морозов А.А. Хроматография в неорганическом анализе. – М.: Высшая школа, 1972.
6. Ольшанова К.М., Потапова М.А., Морозова Н.М. Практикум по хроматографическому анализу. –М.: Высшая школа, 1970.
7. Риман В., Уолтон Г. Ионообменная хроматография в аналитической химии. –М.: Мир, 1973.
8. Стыцкий Е.Л., Ициксон Л.Б., Брауде Е.В. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография. –М.: Химия, 1986.