

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФГАОУ ВО "Новосибирский национальный  
исследовательский государственный университет"**

**Факультет естественных наук**

**УТВЕРЖДАЮ**



Декан ФЕН НГУ, профессор

Резников В.А.

«29» августа 2014 г.

**Современные методы хроматографического  
анализа**

**Модульная программа лекционного курса,  
практикума, экзамена и самостоятельной  
работы студентов**

Курс 4-й семестр VII

Учебно-методический комплекс

Новосибирск 2014

Учебно-методический комплекс предназначен для студентов 4 курса факультета естественных наук, специальность 020201 «Фундаментальная и прикладная химия». В состав пособия включены: программа курса лекций и программа практикума по газовой, жидкостной хроматографии и полевой экспрессной хроматографии. Кроме того, приведен набор вопросов для самостоятельной работы и задач, предлагаемых на экзаменах в прошлые годы.

#### Составители

Сидельников В.Н., д.х.н., профессор по специальности «аналитическая химия», Барам Г.И., д.х.н., Грузнов В.М., д.т.н.

© Новосибирский государственный университет, 2014

## Содержание

Аннотация рабочей программы	4
<b>1. Цели освоения дисциплины</b>	<b>5</b>
<b>2. Место дисциплины в структуре ООП</b>	<b>5</b>
<b>3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины</b>	<b>6</b>
<b>4. Структура и содержание дисциплины</b>	<b>7</b>
Рабочий план	8
Программа курса лекций	11
I. Газовая хроматография	11
II. Жидкостная хроматография	13
III. Полевая хроматография	15
Рекомендованная литература к теоретическому курсу	15
Лабораторные работы	17
Перечень теоретических вопросов к экзамену	17
<b>5. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины</b>	<b>20</b>
<b>6. Материально-техническое обеспечение дисциплины</b>	<b>21</b>

## **Аннотация рабочей программы**

Дисциплина "Современные методы хроматографического анализа" относится к вариативной части (профильные дисциплины) профессионального (специального) цикла ООП по специальности 020201 «Фундаментальная и прикладная химия». Данная дисциплина реализуется на Факультете естественных наук Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования "Новосибирский национальный исследовательский государственный университет" (НГУ) кафедрой аналитической химии.

Содержание дисциплины охватывает круг вопросов, связанных с теорией и практикой хроматографических методов и их применением в современном химическом анализе органических веществ.

Дисциплина нацелена на формирование у выпускника общекультурных компетенций ОК-8, ОК-11, ОК-15 и профессиональных компетенций ПК-1, ПК-3, ПК-7, ПК-11, ПК-13, ПК-16, ПК-17.

Дисциплина разделена на три части:

1. Газовая хроматография.
2. Жидкостная хроматография.
3. Полевая экспрессная газовая хроматография для массовых (однотипных) анализов.

Преподавание дисциплины предусматривает следующие формы организации учебного процесса: лекции, практические занятия (практикум). Спецкурс завершается единым устным экзаменом, по итогам которого студент получает оценку.

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 зачетных единиц (180 академических часов). Программой дисциплины предусмотрены 24 часа лекционных, 70 часов лабораторных работ, 82 часа самостоятельной работы студентов, 4 часа на проведение экзамена.

## 1. Цели освоения дисциплины

Главной целью дисциплины "Современные методы хроматографического анализа" является формирование у студентов целостного представления о методе хроматографии, ознакомление с современным состоянием метода, а также получение студентами базовых понятий, связанных с принципами работы современных хроматографических приборов и входящих в их состав элементов, функционирование которых обеспечивает возможности газовой и жидкостной хроматографии для решения различных аналитических задач. Понимание принципов процесса разделения веществ на хроматографических колонках, механизмов удерживания, причин уширения пиков в процессе хроматографирования.

Для достижения поставленной цели выделяются задачи курса:

- доступно донести до слушателя основные теоретические положения рассматриваемых вопросов;
- продемонстрировать практическую значимость получаемых знаний на примерах – современных достижениях в области науки о колоночном разделении веществ;
- познакомить с современными достижениями в области хроматографии, с инструментальными возможностями в данной области, которые имеются в лабораториях НГУ и в институтах СО РАН, находящихся в Новосибирском научном центре.

## 2. Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина "Современные методы хроматографического анализа" относится к вариативной части (профильные дисциплины) профессионального (специального) цикла ООП по специальности 020201 «Фундаментальная и прикладная химия».

Дисциплина "Современные методы хроматографического анализа" опирается на следующие дисциплины данной ООП:

- физическая химия (строение и свойства атома, природа химической связи, химическая реакция, понятия о кинетике и термодинамике реакций, кислотно-основные равновесия);
- неорганическая химия (строение и свойства атомов, строение молекул, химическая связь);
- основы компьютерной грамотности (навыки обращения с ПК);
- аналитическая химия (химические равновесия, метрология).

Результаты освоения дисциплины "Современные методы хроматографического анализа" используются в следующих дисциплинах данной ООП:

- научно-исследовательская практика;
- итоговая государственная аттестация.

### **3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины "Современные методы хроматографического анализа"**

#### **Общекультурные компетенции:**

- умением работать с компьютером на уровне пользователя и способностью применять навыки работы с компьютерами как в социальной сфере, так и в области познавательной и профессиональной деятельности (ОК-8);
- способностью использовать в профессиональной деятельности базовые знания в области информатики и современных информационных технологий, наличием навыков использования программных средств и работы в компьютерных сетях, умением создавать базы специальных данных и использовать ресурсы сети Интернет (ОК-11);
- способностью самостоятельно применять методы и средства познания, обучения и самоконтроля для приобретения новых знаний и умений, в том числе в новых областях, непосредственно не связанных со сферой деятельности (ОК-15).

#### **Профессиональные компетенции:**

- пониманием сущности и социальной значимости профессии, основных перспектив и проблем, определяющих конкретную область деятельности (ПК-1);
- способностью использовать в познавательной и профессиональной деятельности базовые знания в области математики и естественных наук (ПК-3);
- пониманием необходимости и способностью приобретать новые знания с использованием современных научных методов и владением ими на уровне, необходимом для решения задач, имеющих естественнонаучное содержание и возникающих при выполнении профессиональных функций (ПК-7);

- знанием основ теории фундаментальных разделов химии (прежде всего неорганической, аналитической, органической, физической, химии высокомолекулярных соединений, химии биологических объектов, химической технологии) (ПК-11);
- владением навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций (ПК-13);
- пониманием необходимости безопасного обращения с химическими материалами с учетом их физических и химических свойств, способностью проводить оценку возможных рисков (ПК-16);
- способностью на научной основе организовать свой труд, самостоятельно оценить результаты своей деятельности, владением навыками самостоятельной работы, в том числе в сфере проведения научных исследований (ПК-17).

**В результате освоения дисциплины обучающийся должен:**

- иметь представление о принципах и механизмах хроматографического анализа, о количественных и качественных возможностях современного хроматографического оборудования, о месте хроматографии в аналитической химии органических и биологически-активных веществ;
- знать о том, какие существуют способы хроматографического анализа и как их можно применять в зависимости от поставленной аналитической задачи;
- уметь предсказывать и объяснять наиболее вероятные результаты хроматографирования веществ-аналитов на колонках с различными адсорбентами в различных условиях, изменять эти условия для достижения необходимой степени разделения веществ и необходимой чувствительности и точности анализа.

#### **4. Структура и содержание дисциплины**

Общая трудоемкость дисциплины «Современные методы хроматографического анализа» составляет 5 зачетных единиц, всего 180 академических часов.

## Рабочий план (общий)

№ п/п	Наименование тем и разделов	ВСЕГО (часов)	Аудиторные занятия (часов), в том числе		Самост. работа (часов)	Экзамен
			Лекции	Лаб.		
1.	Современная газовая хроматография	60	12	24	24	
2.	Современная жидкостная хроматография	60	12	24	24	
3.	Полевая экспрессная газовая хроматография для массовых (однотипных) анализов	38	-	22*	16	
	Экзамен	22			18	4
	ИТОГО:	180	24	70	82	4

\*практикум включает проведение семинаров

## Рабочий план (по неделям 7-го семестра)

Неделя	Темы занятий
<b>СЕНТЯБРЬ</b> 1-я неделя	<b>Лекция 1.</b> История развития газовой хроматографии (ГХ). Основы хроматографии. Место ГХ в химическом анализе. Типы аналитических задач, решаемых с применением ГХ. <b>Лабораторная работа 1.</b> Получение хроматограмм с использованием капиллярных колонок и их интерпретация. Ввод пробы в колонку, выбор температурных режимов, потоков через колонку и устройство сброса. Хроматограмма, её параметры, как ею пользоваться и какую информацию можно получить.
2-я неделя	<b>Лекция 2.</b> Колонки и фазы в современной ГХ. <b>Лабораторная работа 2.</b> Разделение веществ на колонках с фазами различной полярности. Разделение на колонке с неполярным полисилоксаном. Разделение на полярной колонке с полиэтиленгликолем. Определение полярности колонок методом Роршнайдера.



3-неделя	<p><b>Лекция 3.</b> Хроматографическая техника. Приборы для ГХ и их устройство.</p> <p><b>Лабораторная работа 3.</b> Зависимость эффективности капиллярных колонок от скорости потока носителя. Влияние скорости потока газа носителя на эффективность колонки. Влияние молекулярной и внутренней диффузии на процесс разделения.</p>
4- неделя	<p><b>Лекция 4.</b> Выбор колонок для разделения и проведение хроматографического анализа.</p> <p><b>Лабораторная работа 5.</b> Разделение сложных смесей веществ методом двумерной хроматографии. Выбор колонок для двумерной хроматографии. Как читать двумерную хроматограмму. Установка параметров потокового модулятора.</p>
<b>ОКТАБРЬ</b> 1-неделя	<p><b>Лекция 5.</b> Экспрессная газовая хроматография.</p> <p><b>Лабораторная работа 5.</b> Экспрессное разделение смеси веществ с использованием поликапиллярных колонок. Разделение на пористослойных колонках и колонках для ГЖХ. Влияние параметров усилителя и инжектора на наблюдаемую хроматограмму.</p>
2-неделя	<p><b>Лекция 6.</b> Основы хромато-масс-спектрометрии.</p> <p><b>Лабораторная работа 6.</b> Идентификация веществ методом ГХМС. Выбор капиллярных колонок для ГХМС. Выбор хроматографических пиков на хроматограмме, пригодных для идентификации. Обращение к поисковым системам и оценка результата.</p>
3-неделя	<p><b>Лекция 7.</b> Введение в жидкостную хроматографию.</p> <p><b>Лекция 8.</b> Формальная жидкостная хроматография.</p> <p><b>Лекция 9.</b> Механизмы жидкостной хроматографии.</p>
4-неделя	<p><b>Лекция 10.</b> Неподвижные и подвижные фазы для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).</p> <p><b>Лекция 11.</b> Аппаратура для ВЭЖХ.</p> <p><b>Лекция 12.</b> Базы данных в ВЭЖХ.</p>

<p><b>НОЯБРЬ</b> 1-неделя</p>	<p><b>Лабораторная работа 7.</b> Компьютерный тренажер "Жидкостный хроматограф". Устройство хроматографа "Милихром А-02", освоение программного обеспечения для управления хроматографом и обработки хроматограмм. <b>Лабораторная работа 8.</b> Компьютерный тренажер "Жидкостный хроматограф". Получение хроматограмм в изократическом и градиентном режимах хроматографирования. Оптимизация хроматографического анализа.</p>
<p>2-неделя</p>	<p><b>Лабораторная работа 9.</b> Компьютерный тренажер "Жидкостный хроматограф". Разработка оптимальной методики определения салициловой кислоты в лекарственном средстве "Ацетилсалициловая кислота". <b>Лабораторная работа 10.</b> Компьютерный тренажер "Жидкостный хроматограф". Разработка оптимальной методики определения парацетамола, кофеина, ацетилсалициловой и салициловой кислоты в лекарственном средстве "Цитрамон-П".</p>
<p>3-неделя</p>	<p><b>Лабораторная работа 11.</b> Хроматограф "Милихром А-02". Определение салициловой кислоты в лекарственном средстве "Ацетилсалициловая кислота" с помощью разработанной на Тренажере методики анализа.</p>
<p>4-неделя</p>	<p><b>Лабораторная работа 12.</b> Хроматограф "Милихром А-02". Определение парацетамола, кофеина, ацетилсалициловой и салициловой кислоты в лекарственном средстве "Цитрамон-П" с помощью разработанной на тренажере методики анализа.</p>
<p><b>ДЕКАБРЬ</b> 1-неделя</p>	<p><b>Семинар 1.</b> Роль ГХ в экологическом мониторинге. <b>Лабораторная работа 13.</b> Определение коэффициента обогащения пассивного концентратора на экспрессном газовом хроматографе ЭХО-В-ФИД.</p>
<p>2-неделя</p>	<p><b>Семинар 2.</b> Техника хроматографического анализа. <b>Лабораторная работа 14.</b> Методика экспрессного анализа следовых количеств взрывчатых веществ с использованием портативного газового хроматографа ЭХО-М.</p>

3-неделя	<b>Семинар 3.</b> Пробоподготовка в экспрессном анализе. <b>Лабораторная работа 15</b> Экспрессный газохроматографический анализ питьевой воды методом равновесной паровой фазы (на хроматографе ЭХО-В-ФИД).
4-неделя	<b>ЭКЗАМЕН</b>

## Программа курса лекций

### I. ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ.

#### Лекция 1.

- Введение, общие понятия хроматографии. Определение хроматографии. Классификация методов хроматографии. Место ГХ в ряду других хроматографических методов.
- Хроматографическая колонка. Разделение веществ на колонке в режиме элюентной хроматографии. Аппаратурное оформление процесса для газовой хроматографии. Теории хроматографии. Линейная хроматография, нелинейная, равновесная, неравновесная.
- Теория эквивалентных теоретических тарелок. Диффузионная теория уширения хроматографической полосы. Параметры хроматографического пика. Эффективность колонки, экспериментальное определение эффективности и числа теор. тарелок. Время удерживания. Определение селективности колонки.

#### Лекция 2. Колонки и фазы в современной ГХ.

- Хроматографические колонки и фазы. Насадочные и капиллярные колонки. Колонки, приготовленные методом микромеханики. Монолитные колонки. Классификация капиллярных колонок. Газоадсорбционные и газожидкостные колонки. Характерные порядки эффективности. Критерии разделения. Влияние скорости потока газа носителя на эффективность колонки. Неподвижные жидкие фазы для колонок. Полисилоксановые фазы. Фазы для разделения хиральных соединений. Примеры типичных решаемых задач для колонок различных типов.

#### Лекция 3. Хроматографическая техника. Приборы для ГХ и их устройство.

- Техника газовой хроматографии. Ввод пробы в колонку: со сбросом, split/splitless, прямой ввод в колонку. Ввод краном-дозатором, ввод шприцом, инжекторы. Использование различных инжекторов для решения различных аналитических задач разделения. Характерные значения параметров потоков, температур и давления для инжекторов и колонок.
- Детектирование хроматографического сигнала. Понятие о пороге детектирования, чувствительность и коэффициент чувствительности, линейный динамический диапазон, селективность детектора. Пламенно ионизационный детектор, катарометр, детектор по захвату электрона, пламенно-фотометрический детектор, атомно-эмиссионный детектор, масс-спектрометр. Сравнение детекторов. Для каких задач применяются различные детекторы.
- Регулировка потоков и давлений в хроматографии.

#### **Лекция 4. Выбор колонок для разделения и проведение хроматографического анализа.**

- Качественный и количественный анализ. Идентификация на основе удерживания. Рассмотрение целей качественного анализа.
- Абсолютная калибровка, количественное определение по внутреннему стандарту.
- Проведение процесса разделения. Пробоподготовка. Разделение в изотермическом режиме с программированием температуры. Программирование давления на входе в колонку.
- Влияние величины пробы на эффективность разделения, перегрузка колонки.
- Разделительные схемы, включающие в себя несколько колонок.
- Выбор неподвижной жидкой фазы или сорбента. Выбор длины колонки и ее диаметра. Двумерная хроматография, способы ее реализации.

#### **Лекция 5. Экспрессная газовая хроматография**

- Классификация хроматографических методов по скорости разделения. Скоростная хроматография. Способы увеличения скорости разделения.
- Способы уменьшения времени разделения в хроматографии.
- Скоростная хроматография на капиллярных и насадочных ко-

- лонках, ограничения по экспрессности.
- Требования к детекторам, инжекторам и электронным компонентам для скоростной хроматографии.
  - Поликapиллярные колонки и их скоростные возможности.
  - Направления эволюции методов экспрессной хроматографии.

### **Лекция 6. Основы хромато-масс-спектрометрии.**

- Основы масс-спектрометрии. Ионизация электронным ударом. Потенциал ионизации, потенциал появления. Молекулярный ион. Фрагментация. Первичные потери, дочерние и родительские ионы, перегруппировки. Образование масс-спектров.
- Химическая ионизация. Газы реактанты для химической ионизации. Зависимость вида спектра от природы реактанта.
- Высокое и низкое разрешение в масс-спектрометрии
- Ионные источники для химической ионизации и электронного удара.
- Анализаторы ионов: магнитные, квадрупольные, ионная ловушка, времяпролетные, ион-циклотронный резонанс, орбитальная ловушка. Регистрация ионов.
- Создание вакуума в масс-спектрометрических анализаторах.
- Соединение хроматографической колонки с масс-спектрометром.
- Идентификация веществ по масс-спектрам.
- Поисковые системы.
- Ограничения и возможности хромато-масс-спектрометрии.

## **II ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ**

**Лекция 7. Введение в жидкостную хроматографию (ЖХ).** История развития (ЖХ) и её место в химическом анализе. Типы аналитических задач, решаемых с применением ЖХ.

### **Лекция 8. Формальная жидкостная хроматография.**

Хроматографический пик и хроматограмма. Основные термины и закономерности в ЖХ. Влияние скорости потока подвижной фазы, размера частиц адсорбента, температуры, состава подвижной фазы, давления, длины и диаметра колонки, нагрузки на колонку и пр. на

эффективность и скорость разделения. Компьютерные модели предсказания хроматограмм и оптимизации разделения.

### **Лекция 9. Механизмы жидкостной хроматографии.**

Адсорбционная, распределительная и эксклюзионная хроматография. Типы взаимодействий между молекулами. Удерживание молекул в системе "подвижная фаза/неподвижная фаза". Селективность обращенных фаз.

### **Лекция 10. Неподвижные и подвижные фазы для ВЭЖХ.**

Типы и классификация адсорбентов. Методы синтеза важнейших адсорбентов и их свойства. Сравнение обращенных фаз. Состав подвижной фазы для обращенно-фазовой ВЭЖХ. Элюотропный ряд органических растворителей. Ион-парная ВЭЖХ. Состав подвижной фазы и селективность. Нормально фазовая и обращено-фазовая ВЭЖХ. Гидрофильная ВЭЖХ. ВЭЖХ ионов.

### **Лекция 11. Аппаратура для ВЭЖХ.**

Современный аналитический хроматограф и устройство его основных узлов. Автоматизация хроматографического анализа. Специализированные аналитические комплексы на основе жидкостных хроматографов. Хроматографы для сверхбыстрых и сверхэффективных разделений. Типы детекторов в ЖХ, их возможности и недостатки. УФ-детектирование. Материальный баланс в хроматографии. Принципы многоканального детектирования в ВЭЖХ. Чистота (гомогенность) хроматографического пика. Пред- и постколоночная дериватизация. Прямое и косвенное детектирование. Основные методические приемы при работе с микрообъемами (фильтрование, упаривание, перемешивание и т.д.). Твердофазная экстракция. Примеры подготовки образцов для ВЭЖХ.

### **Лекция 12. Базы данных в ВЭЖХ.**

Принципы создания баз данных для ВЭЖХ. Многоканальное детектирование. Валидация методики. База данных ВЭЖХ-УФ. Примеры применения базы данных "БД-2003". Применение ВЭЖХ в медицине, фармакологии и в фармацевтике. Валидация ВЭЖХ-методик анализа.

### **III Полевая экспрессная газовая хроматография для массовых анализов.**

#### **Семинар 1. Роль ГХ в экологическом мониторинге.**

Роль газовой хроматографии в эколого-аналитическом контроле, актуальность применения скоростных полевых приборов.

Параметры газовой хроматографии для массовых анализов во вне-лабораторных условиях. Определение скоростной газовой хроматографии. Упрощенная блок схема портативного газового хроматографа (ГХ). Скоростные процессы.

#### **Семинар 2. Техника хроматографического анализа.**

Экспрессное сорбционное концентрирование паров органических веществ. Теоретическая модель проскока и оптимизация скоростного концентрирования. Экспрессный ввод пробы в колонку. Вихревой дистанционный пробоотбор.

Принципы построения скоростных газовых хроматографов ЭХО (структура, характеристики, колонки, детектор). Основные аналитические возможности приборов.

#### **Семинар 3. Пробоподготовка в экспрессном анализе.**

Виды пробоподготовки, приемлемые для экспрессного анализа. Примеры анализа различных объектов окружающей среды, включая воду, воздух, грунты и взрывчатые вещества

### **Рекомендованная литература к теоретическому курсу**

#### **Газовая хроматография**

1. Ж.Гишон, К.Гийемен. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля. Том 1,2. / М., "Мир". 1991.
2. К.Тесаржик, К.Комарек. Капиллярные колонки в газовой хроматографии. / М., "Мир". 1987.
3. Б.А.Руденко. Капиллярная хроматография. / М., "Наука". 1978.
4. Б.А. Руденко, Г.И.Руденко. Высокоэффективные хроматографические процессы. Том 1. / М. "Наука". 2003.

5. В.Л.Саленко, Т.Д.Федотова Хроматография. Основы метода и его разновидности. Учебник НГУ (учебное пособие). / Новосибирск, изд. НГУ. 2001.
6. В.Г.Березкин. Что такое хроматография? / М., "Наука". 2003.
7. А.Т.Лебедев. Масс-спектрометрия в органической химии. / М., изд. "Бином". 2003.
8. Я.И.Яшин, Е.Я.Яшин, А.Я.Яшин. Газовая Хроматография. / М., изд. "Транслит". 2009.

### **Жидкостная хроматография**

9. Спутник хроматографиста. / Под. ред. В.Ф.Селеменова. Воронеж. Изд. "Водолей". 2004. 528 с.
10. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. Том 2. Процессы с конденсированными подвижными фазами. / М., "Наука", 2003. 288 стр.
11. Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа. Методическое пособие для специального курса. / М., изд. МГУ. 2007. 109 стр.
12. [www.chem.msu.su/rus/teaching/analyt/chrom/part1.pdf](http://www.chem.msu.su/rus/teaching/analyt/chrom/part1.pdf).
13. Барам Г.И. Развитие метода микроколоночной высокоэффективной жидкостной хроматографии и его применение для исследования объектов окружающей среды. // В кн. "100 лет хроматографии", (ред. Руденко Б.А.), Москва, Наука, 2003, С.32-60.

### **Полевая экспрессная газовая хроматография для массовых (однотипных) анализов.**

14. Гольберт К.А., Вигдергауз М.С. Введение в газовую хроматографию. М.: Химия, 1990. 352 с.
15. Сакодинский К.И., Бражников В.В., Волков С.А. и др. Аналитическая хроматография. М.: Химия., 1993. 464 с.
16. Грузнов В.М., Шишмарев А.Т., Филоненко В.Г., Балдин М.Н., Науменко И.И. Экспрессный анализ объектов окружающей среды с применением портативных газовых хроматографов и поликапиллярных колонок // Журнал аналитической химии. - 1999, т. 54, № 9, с. 957 – 961.
17. Грузнов В.М., Филоненко В.Г., Шишмарев А.Т. Отбор и ввод проб при скоростном газохроматографическом обна-



- ружении паров органических веществ. // Журнал аналитической химии. 1999. т. 54, № 11, с. 1134 – 1139.
18. Грузнов В.М., Филоненко В.Г., Шишмарев А.Т. Экспрессное улавливание паров веществ из воздуха. //Ж. Теплофизика и аэромеханика. 2000, т. 7, № 4. С. 617-620.
19. В.М.Грузнов, В.Г. Филоненко, М.Н. Балдин, А.Т. Шишмарёв Портативные экспрессные газоаналитические приборы для определения следовых количеств веществ.// Российский химический журнал. 2002. Т.46, №4,с. 100 ÷ 108.
20. В.М. Грузнов, В.Г. Филоненко Расчётное моделирование ввода пробы при экспрессном газовом анализе. В книге «Наука на службе экологии и безопасности человека». Под ред. проф. Т.С. Юсупова. Новосибирск: Академическое изд-во «Гео» 2008. С. 140 – 159.

### **Лабораторные работы**

Лабораторные работы в рамках спецкурса имеют цель научить студентов основным приемам работы, принятым в настоящее время в лабораториях, использующих хроматографические методы. Студенты также получают представление о современных методах идентификации и установления строения органических соединений. На первом занятии студенты знакомятся с основами техники безопасности и правилами работы в лаборатории хроматографического профиля. На этом же занятии происходит знакомство с типами приборов, на которых будут выполняться работы.

В практикуме каждый студент под руководством преподавателя должен обучиться правилам ввода пробы, установлению рабочих параметров хроматографа. По результатам лабораторных работ оценка студентов не производится.

Название лабораторных работ приведено в «Рабочем плане» данной Программы.

### **Перечень теоретических вопросов к экзамену по спецкурсу**

#### **1. Газовая хроматография:**

1. Вывод уравнения Ван-Деемпера для капиллярной колонки
2. Зависимость ВЭТТ колонки от фактора емкости для капиллярной колонки.
3. Классификация методов хроматографии

4. Диффузионная теория уширения хроматографического пика
5. Характеристики НЖФ, используемых для капиллярной хроматографии
6. Способы повышения термической стабильности фаз.
7. Статическое нанесение фаз на капилляры
8. Динамическое нанесение фаз.
9. Принципы работы детектора по захвату электрона и его характеристики
10. Принципы работы пламенно-ионизационного детектора и его характеристики
11. Связь между структурой вещества и масс-спектром.
12. Типы анализаторов в хромато-масс-спектрометрии
13. Зависимость ВЭТТ от скорости потока носителя.
14. Способы определения вихревой, молекулярной и внутренней диффузии.
15. Способы определения эффективности колонки и характеристики, описывающие отклонения формы пика от идеальной.

## **2. Жидкостная хроматография.**

1. Основные узлы аналитического хроматографа для ВЭЖХ. Требования, предъявляемые к их главным характеристикам.
2. Основные типы адсорбентов для ВЭЖХ, синтезированных на основе силикагеля. Принципы их синтеза и применимость для решения тех или иных аналитических задач.
3. Взаимосвязь таких параметров хроматографического процесса, давление, как скорость потока элюента, вязкость элюента, диаметр колонки, длина колонки, размер частиц адсорбента. Классификация ВЭЖХ по размерам колонок.
4. Адсорбционная жидкостная хроматография. Типы взаимодействий молекул адсорбата с адсорбентом.
5. Многоканальное детектирование в жидкостной хроматографии. Принципы идентификации веществ и оценка гомогенности хроматографического пика с использованием информации, получаемой при многоканальном детектировании.
6. Основы распределительной жидкостной хроматографии. Нормальная и обращенная фаз.
7. Фотометрическое и спектрофотометрическое детектирование в ВЭЖХ. Преимущества и ограничения.

8. Основные принципы и приемы подготовки образцов для анализа методом ВЭЖХ.
9. Место ВЭЖХ в современной аналитической химии. Главные области применения ВЭЖХ.
16. Эффективность, селективность, пиковая емкость и разрешение колонки.
17. Принципы построения баз данных для ВЭЖХ.
18. История развития жидкостной хроматографии. Основные исторические этапы.
19. Детекторы жидкостных хроматографов. Общие требования. Специфические возможности. Прямое и непрямое (косвенное) детектирование.
20. Обращенно-фазовая ВЭЖХ. Аналитические возможности. Ион-парная хроматография.

## **5. Полевая экспрессная газовая хроматография для массовых анализов**

1. Актуальность экспрессного внелабораторного газохроматографического анализа в эколого-аналитическом контроле объектов окружающей среды.
2. Сравнение требований, предъявляемых к лабораторному и внелабораторному анализу следовых количеств органических веществ в объектах окружающей среды.
3. Основные параметры экспрессной газовой хроматографии для массовых анализов следовых количеств органических веществ во внелабораторных условиях.
4. Обоснование характеристик поликапиллярных колонок для портативных газовых хроматографов.
5. Экспрессное сорбционное концентрирование паров органических веществ (теоретическая модель проскока).
6. Экспрессное сорбционное концентрирование паров органических веществ (оптимизация по эффективности и минимуму времени скоростного концентрирования).
7. Экспрессный ввод пробы с концентратора в газохроматографическую колонку (теоретическая модель и условия экспрессного ввода).
8. Вихревой дистанционный отбор парогазовых проб с объектов контроля (принцип работы, дальное действие и его эф-

- фективность от характеристик закрученной струи).
9. Структура портативных экспрессных газовых хроматографов серии ЭХО и их аналитические характеристики.
  10. Экспрессные методы ввода парогазовых проб в портативный экспрессный газовый хроматограф серии ЭХО.
  11. Характеристики программного обеспечения и диалогового режима работы с газовыми хроматографами серии ЭХО.
  12. Виды пробоподготовки, приемлемые для экспрессного вне-лабораторного анализа объектов окружающей среды (воды, воздуха, почвы, взрывчатых веществ).

## **5. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины**

а) основная литература:

1. Ж.Гишон, К.Гийемен. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля. Том 1,2. Издательство “МИР”, Москва, 1991.
2. . К.Тесаржик, К.Комарек. Капиллярные колонки в газовой хроматографии. “МИР”, Москва, 1987.
3. Б.А.Руденко. Капиллярная хроматография “Наука”, Москва, 1978.
4. Б.А Руденко, Г.И.Руденко. Высокоэффективные хроматографические
5. В.Л.Саленко, Т.Д.Федотова Хроматография. Основы метода и его разновидности. Учебник НГУ (учебное пособие). Издательство НГУ, Новосибирск, 2001.процессы, Том 1и 2. “Наука”, Москва, 2003.

б) дополнительная литература:

1. Методы - спутники в газовой хроматографии. Под ред. Л.Эттре“МИР”, Москва, 1972.
2. Количественный анализ хроматографическими методами. Под ред. Е.Кац. “МИР”, Москва, 1990.
3. К.Баерман. Определение следовых количеств органических соединений МИР”, Москва, 1987.
4. Методы - спутники в газовой хроматографии. Под ред. Л.Эттре“МИР”, Москва, 1972.
5. Количественный анализ хроматографическими методами. Под ред. Е.Кац. “МИР”, Москва, 1990.

6. Б.В.Столяров, И.М.Савинов, А.Г.Витенберг. Руководство к практическим работам по газовой хроматографии. «Химия», Ленинград, 1988.
7. Ю.С.Другов, А.А.Родин. Газохроматографическая идентификация загрязнений воздуха, воды и почвы. Практическое руководство. «ТЕЗА», Санкт-Петербург, 1999
8. Ю.С.Другов, Экологическая аналитическая химия. «ТЕЗА», Санкт-Петербург, 2000.

в) интернет-ресурсы

[http://libserv.library4science.com/book\\_pdfs.html?FreeBro=Free%20Books&SITEVARS=Array](http://libserv.library4science.com/book_pdfs.html?FreeBro=Free%20Books&SITEVARS=Array)

1. R.P.W.Scott. Principles and Practice of Chromatography. / *Libraryforscience, LLC*. 2003. 106 pp.
2. R.P.W.Scott. Liquid Chromatography. / *Libraryforscience, LLC*. 2003. 106 pp.
3. R.P.W.Scott. Liquid Chromatography Detectors. / *Libraryforscience, LLC*, 2003. 112.

## **6. Материально-техническое обеспечение дисциплины**

- Хромато-масс-спектрометр 7900
- Прибор для двумерной газовой хроматографии Agilent 6890
- Газовый хроматограф Цвет 500 -2
- Жидкостные хроматографы "Миличром А-02" – 3 шт.
- Компьютерные тренажеры "Жидкостный хроматограф" – 10 компьютеров с программами.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВПО и с ОС ВПО, принятым в ФГАОУ ВО Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, с учетом рекомендаций ООП ВПО по специальности 020201 «Фундаментальная и прикладная химия».


Авторы:

Сидельников Владимир Николаевич, д.х.н., доцент КАХ; зав. аналитической лабораторией ИК СО РАН, профессор по специальности «аналитическая химия»

Барам Григорий Иосифович, д.х.н., профессор КАХ

Грузнов Владимир Матвеевич, д.т.н., профессор КАХ; зам. директора  
ИНГГ СО РАН

Программа одобрена на заседании кафедры аналитической химии  
28 августа 2014 г.

Секретарь кафедры, ст. преподаватель  Н.Ф. Бейзель