


**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«Воронежский государственный технический университет»

УТВЕРЖДАЮ

Декан факультета радиотехники и электроники

 /В.А.Небольсин/

07 марта 2024г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

«Хроматографические методы анализа качества и безопасности
КОМПОЗИТОВ»

Направление подготовки 22.03.01 Материаловедение и технологии
материалов

Профиль Функциональные материалы

Квалификация выпускника бакалавр

Нормативный период обучения 4 года

Форма обучения очная

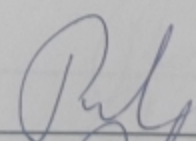
Год начала подготовки 2024

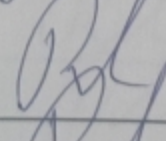
Автор программы

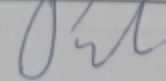
Заведующий кафедрой

Химии и химической
технологии материалов

Руководитель ОПОП


_____ О.Б.Рудаков


_____ О.Б.Рудаков


_____ О.Б.Рудаков

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1. Цели дисциплины

формирование представлений о теоретических основах хроматографических методов, о многообразии хроматографических методов и решаемых задач при их использовании в профессиональной деятельности, в частности, в контроле качества и безопасности готовых композиционных материалов.

1.2. Задачи освоения дисциплины

развитие представлений у студентов об основных характеристиках хроматограмм и критериях разделения веществ, о факторах, определяющих эффективность разделения; ознакомление с типами, принципом действия и аналитическими характеристиками детекторов; применение полученных теоретических знаний и практических навыков при обработке результатов качественного и количественного анализа хроматографическими методами.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП

Дисциплина «Хроматографические методы анализа качества и безопасности композитов» относится к дисциплинам части, формируемой участниками образовательных отношений (дисциплина по выбору) блока Б1.

3. ПЕРЕЧЕНЬ ПЛАНИРУЕМЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Процесс изучения дисциплины «Хроматографические методы анализа качества и безопасности композитов» направлен на формирование следующих компетенций:

ПК-13 - Способен использовать на производстве знания о традиционных и новых технологических процессах и операциях, нормативных и методических материалах о технологической подготовке производства, качестве продукции с элементами технико-экономического анализа

Компетенция	Результаты обучения, характеризующие сформированность компетенции
ПК-13	знать основы теории хроматографии и методики идентификации вещества, используемые в нормативных материалах при формировании технологических процессов
	уметь проводить отбор проб, пробоподготовку, качественный и количественный анализ в ходе технологических процессов и операций
	владеть методиками применения определенных хроматографических процессов, а также способами обработки полученных массивов данных

4. ОБЪЕМ ДИСЦИПЛИНЫ

Общая трудоемкость дисциплины «Хроматографические методы

анализа качества и безопасности композитов» составляет 7 з.е.

**Распределение трудоемкости дисциплины по видам занятий
очная форма обучения**

Виды учебной работы	Всего часов	Семестры	
		7	8
Аудиторные занятия (всего)	108	68	40
В том числе:			
Лекции	54	34	20
Практические занятия (ПЗ)	54	34	20
Самостоятельная работа	108	76	32
Курсовая работа	+		+
Часы на контроль	36	-	36
Виды промежуточной аттестации - экзамен, зачет	+	+	+
Общая трудоемкость: академические часы	252	144	108
зач.ед.	7	4	3

5. СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

5.1 Содержание разделов дисциплины и распределение трудоемкости по видам занятий

очная форма обучения

№ п/п	Наименование темы	Содержание раздела	Лекц	Прак зан.	СРС	Всего, час
1	Основные понятия, определения и теоретические основы хроматографии	Понятия и общие принципы хроматографического разделения. История развития метода. Классификация хроматографических методов. Основные характеристики хроматографического процесса. Коэффициент распределения. Удерживаемый объем и время удерживания. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Коэффициент разделения. Разрешение. Теория равновесной хроматографии. Связь скорости перемещения вещества вдоль слоя неподвижной фазы с коэффициентом распределения и изотермой сорбции. Зависимость формы хроматографического пика от вида изотермы сорбции. Размывание хроматографической зоны и его физические причины. Основы концепции теоретических тарелок, число теоретических тарелок и эффективность колонки. Понятие ВЭТТ. Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в подвижной и неподвижной фазах). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Принципиальная схема хроматографа. Выбор параметров хроматографического определения. Идентификация веществ. Количественный анализ. Измерение площадей и высот пиков.	10	8	18	36
2	Методы газовой хроматографии	Принцип метода. Теоретические основы метода. Определяемые вещества. Основные аналитические характеристики. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография. Аппаратура для газовой хроматографии. Хроматографические колонки, термостаты, детекторы. Классификация детекторов и их важнейшие характеристики	10	8	18	36

		(линейность, чувствительность, отношение сигнал/шум, предел обнаружения). Программирование температуры. Газы - носители, адсорбенты и неподвижные фазы, требования к ним. Пиролитическая хроматография. Применение в контроле качества полимеров. Высокоэффективная капиллярная хроматография. Газовая хромато-масс-спектрометрия (ГХ-МС). Примеры применения в контроле композитов.				
3	Методы жидкостной хроматографии	Принцип метода. Аналитические характеристики современной высокоэффективной хроматографии (ВЭЖХ). Аппаратура для жидкостной хроматографии. Насосы. Инжекторы. Колонки. Детекторы. Нормально-фазовая и обращенно-фазовая хроматография (НФХ и ОФХ). Силикагель, его структура и химия поверхности. Модифицированные силикагели, принципы их получения и свойства. Подвижная фаза (элюент) и требования к ней. Элюирующая сила подвижной фазы, элюотропные ряды. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения. Изократическое и градиентное элюирование. Модели удерживания и типы взаимодействия сорбата с поверхностью сорбента. Ионообменная хроматография. Эксклюзионная и гидродинамическая хроматография. Тонкослойная хроматография. Величина R_f , ее связь с коэффициентом распределения. Методы определения этой величины. Сорбенты для тонкослойной хроматографии (ТСХ). Техника получения и регистрации хроматограмм в ТСХ. Метод ВЭЖХ-МС.	10	8	18	36
4	Хроматографические свойства мигрирующих компонентов композитных материалов	Летучие и нелетучие, полярные и неполярные, гидрофобные и гидрофильные низкомолекулярные компоненты композитов. Влияние структуры сорбатов на удерживание различными сорбентами. Алгоритмы выбора хроматографического метода и детекторов для определения мигрирующих компонентов композитных материалов. Подготовка к анализу. Дериватизация. Метод парофазного анализа	8	10	18	36
5	Методы отбора проб и пробоподготовки	Алгоритмы отбора проб. Обор газовых жидких и твердых проб из гомогенных и гетерогенных сред. Генеральная проба, арбитражная проба. Рандомизация. Аликвота. Приемы концентрирования микропримесей. Сорбционные и экстракционные методы пробоподготовки. Твердофазная экстракция (ТФЭ), жидкостно-жидкостная экстракция (ЖЖЭ), криоконцентрирование, микро-ТФЭ, микро-ЖЖЭ с высаливанием, низкотемпературная микро-ЖЖЭ, экстракционное вымораживание; квечерс (QuEChERS).	8	10	18	36
6	Алгоритмы аттестации хроматографических методик. Действующие нормативы по контролю мигрирующих компонентов композитных материалов в композитных материалах	Алгоритмы аттестации хроматографических методик. Градуировка хроматографа. Оценка случайных и систематических погрешностей градуировки. Правильность и прецизионность. Методы внутреннего и внешнего стандартов. Метрологическое обеспечение хроматографических методов анализа. Общие законодательные требования к измерениям, единицам величин, стандартным образцам, средствам измерений. Общие требования к методикам (методам) измерений (с учетом требований Федерального закона № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», Приказа	8	10	18	36

	Минпромторга РФ № 4091 от 15 декабря 2015 г., ГОСТ Р 8.563–2009, ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009, ИСО/МЭК 17025:2017). Система менеджмента лаборатории, использующих методы хроматографического анализа, подготовка к аккредитации.				
Итого		54	54	108	216

5.2 Перечень лабораторных работ

Не предусмотрено учебным планом

6. ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА КУРСОВЫХ ПРОЕКТОВ (РАБОТ) И КОНТРОЛЬНЫХ РАБОТ

В соответствии с учебным планом освоение дисциплины предусматривает выполнение курсовой работы в 8 семестре для очной формы обучения.

Примерная тематика курсовой работы:

1. История развития метода хроматографического разделения.
2. Размывание хроматографической зоны и физические причины этого явления.
3. Кинетические теории хроматографии.
4. Теоретические основы метода газовой хроматографии.
5. Классификация хроматографических детекторов и их важнейшие характеристики.
6. Аналитические характеристики современной высокоэффективной хроматографии (ВЭЖХ).
7. Методы отбора проб из газовых, жидких и твердых гомогенных и гетерогенных сред.
8. Сорбционные и экстракционные методы пробоподготовки.
9. Метрологическое обеспечение хроматографических методов анализа.
10. Система менеджмента лабораторий, использующих методы хроматографического анализа.

Задачи, решаемые при выполнении курсовой работы:

- определяется актуальность темы;
- применяется актуальность на практике;
- формируются навыки самостоятельной работы;
- формируется индивидуальный стиль изложения.

Курсовая работа включает в себя графическую часть и расчетно-пояснительную записку.

7. ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

7.1. Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания

7.1.1 Этап текущего контроля

Результаты текущего контроля знаний и межсессионной аттестации оцениваются по следующей системе:

«аттестован»;

«не аттестован».

Компетенция	Результаты обучения, характеризующие сформированность компетенции	Критерии оценивания	Аттестован	Не аттестован
ПК-13	знать основы теории хроматографии и методики идентификации вещества, используемые в нормативных материалах при формировании технологических процессов	Тест	Выполнение работ в срок, предусмотренный в рабочих программах	Невыполнение работ в срок, предусмотренный в рабочих программах
	уметь проводить отбор проб, пробоподготовку, качественный и количественный анализ в ходе технологических процессов и операций	Решение стандартных практических задач	Выполнение работ в срок, предусмотренный в рабочих программах	Невыполнение работ в срок, предусмотренный в рабочих программах
	владеть методиками применения определенных хроматографических процессов, а также способами обработки полученных массивов данных	Решение прикладных задач в конкретной предметной области	Выполнение работ в срок, предусмотренный в рабочих программах	Невыполнение работ в срок, предусмотренный в рабочих программах

7.1.2 Этап промежуточного контроля знаний

Результаты промежуточного контроля знаний оцениваются в 7, 8 семестре для очной формы обучения по двух/четырёхбалльной системе:

«зачтено»

«не зачтено»

Компетенция	Результаты обучения, характеризующие сформированность компетенции	Критерии оценивания	Зачтено	Не зачтено
ПК-13	знать основы теории хроматографии и методики идентификации вещества, используемые в нормативных материалах при формировании технологических процессов	Тест	Выполнение теста на 70-100%	Выполнение менее 70%
	уметь проводить отбор проб, пробоподготовку, качественный и количественный анализ в ходе технологических процессов и операций	Решение стандартных практических задач	Продемонстрирован верный ход решения в большинстве задач	Задачи не решены
	владеть методиками	Решение прикладных задач	Продемонстрирова	Задачи не решены

	применения определенных хроматографических процессов, а также способами обработки полученных массивов данных	в конкретной предметной области	и верный ход решения в большинстве задач	
--	--	---------------------------------	--	--

или

«отлично»;

«хорошо»;

«удовлетворительно»;

«неудовлетворительно».

Компетенция	Результаты обучения, характеризующие сформированность компетенции	Критерии оценивания	Отлично	Хорошо	Удовл.	Неудовл.
ПК-13	знать основы теории хроматографии и методики идентификации вещества, используемые в нормативных материалах при формировании технологических процессов	Тест	Выполнение теста на 90-100%	Выполнение теста на 80-90%	Выполнение теста на 70-80%	В тесте менее 70% правильных ответов
	уметь проводить отбор проб, пробоподготовку, качественный и количественный анализ в ходе технологических процессов и операций	Решение стандартных практических задач	Задачи решены в полном объеме и получены верные ответы	Продемонстрирован верный ход решения всех, но не получен верный ответ во всех задачах	Продемонстрирован верный ход решения в большинстве задач	Задачи не решены
	владеть методиками применения определенных хроматографических процессов, а также способами обработки полученных массивов данных	Решение прикладных задач в конкретной предметной области	Задачи решены в полном объеме и получены верные ответы	Продемонстрирован верный ход решения всех, но не получен верный ответ во всех задачах	Продемонстрирован верный ход решения в большинстве задач	Задачи не решены

7.2 Примерный перечень оценочных средств (типичные контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности)

7.2.1 Примерный перечень заданий для подготовки к тестированию

Тест № 1

Как классифицируются методы хроматографии по агрегатному состоянию фаз?

Выберите один ответ:

- 1) адсорбционная, осадочная, комплексообразовательная, тонкослойная;
- 2) жидкостно-распределительная, газо-распределительная, газо-

адсорбционная, жидкостно-адсорбционная;

3) адсорбционно-газовая, жидкостная, ионообменная, газо-жидкостная;

4) газовая, жидкостная, газо-жидкостная, газо-адсорбционная.

Тест № 2

Можно ли использовать в газовой хроматографии в качестве неподвижной фазы ионообменные смолы?

Выберите один ответ:

1) можно, так как они обладают высокой удельной поверхностью и однородны по составу и строению;

2) использование ионообменных материалов зависит от условий проведения анализа;

3) нельзя, так как они не термостойки и обладают каталитическими свойствами.

Тест № 3

В чем состоит сущность методов хроматографии?

Выберите один ответ:

1) разделение гомогенных многокомпонентных смесей в потоке подвижной фазы;

2) перемещение зоны вещества вдоль слоя неподвижной фазы, связанном с многократным повторением актов сорбции и десорбции;

3) селективное разделение смесей веществ между подвижной и неподвижной фазами;

4) различная сорбируемость компонентов смеси, находящихся в подвижной фазе, на неподвижной фазе, в динамических условиях сорбции.

Тест № 4

Укажите виды ионообменной хроматографии.

Выберите один ответ:

1) анионитная, катионитная, полифункциональная;

2) элюентная, вытеснительная, фронтальная;

3) элюентная, проявительная, фронтальная.

Тест № 5

Каковы области применения ионообменной хроматографии?

Выберите один ответ:

1) разделение неполярных жидких компонентов и определение состава смесей;

2) определение следовых количеств веществ, количественное определение состава смесей;

3) качественное определение катионов и анионов в растворах электролитов;

4) определение общей концентрации солей в растворе, очистка растворов от примесей, концентрирование при определении следовых количеств веществ.

Тест № 6

Каковы виды тонкослойной хроматографии по технике выполнения?

Выберите один ответ:

- 1) фронтальная, вытеснительная, элюентная;
- 2) вытеснительная, восходящая, фронтальная, нисходящая;
- 3) проявительная, вытеснительная, фронтальная;
- 4) восходящая, двумерная, канальная.

Тест № 7

Чем отличается распределительная газовая хроматография (РГХ) от адсорбционной (АГХ)?

Выберите один ответ:

- 1) РГХ дает возможность точнее разделить смеси веществ;
- 2) в РГХ газы поглощаются пленками различных жидкостей, а в АГХ - твердым сорбентом;
- 3) различий нет;
- 4) в РГХ используют более низкие температуры колонки.

Тест № 8

Назовите основные детекторы, применяемые в газовой хроматографии.

Выберите один ответ:

- 1) катарометр, дифференциальный детектор, интегральный детектор, термистор, термопара;
- 2) катарометр, ДИП, ДЭЗ, ДПФ, ДП;
- 3) рефрактометрический и спектрофотометрический детекторы.

Тест № 9

Можно ли методом газовой хроматографии исследовать газообразные и твердые вещества?

Выберите один ответ:

- 1) газообразные вещества можно, а твердые нельзя;
- 2) можно исследовать любые газообразные и твердые вещества;
- 3) можно исследовать любые газообразные вещества, а твердые – только летучие;
- 4) нельзя исследовать ни газообразные, ни твердые вещества.

Тест № 10

Анализ бесцветных веществ в тонкослойной хроматографии проводят следующим образом:

- 1) проявляют реагентами, дающими окрашенные соединения с компонентами смеси;
- 2) обугливают органические вещества термообработкой;
- 3) наблюдают люминесценцию пятен при облучении УФ светом.

Выберите один ответ:

- 1) 1,2; 2) 1,2,3; 3) 2,3; 4) 1,3.

Тест № 11

Площади хроматографических пиков принято определять следующим образом:

- 1) умножением полувысоты треугольника, образованного основанием и касательными к ветвям пика, на основание;
- 2) умножением высоты пика на его полуширину;
- 3) умножением высоты пика на ширину, определяемую в точках

перегиба пика.

Выберите один ответ:

1) 1,2; 2) 1,2,3; 3) 2,3.

Тест № 12

От каких факторов зависит скорость перемещения в планарной хроматографии?

Выберите один ответ:

- 1) от природы бумаги и метода проявления пятна;
- 2) от применяемого растворителя и давления его паров;
- 3) от природы вещества и состава применяемого растворителя;
- 4) от концентрации определяемого вещества и температуры.

7.2.2 Примерный перечень заданий для решения стандартных задач

Задача 1. Определить массовую долю (%) компонентов газовой смеси по следующим данным:

Компонент:	Пропан	Бутан	Пентан	Циклогексан
$S, \text{мм}^2$	175	203	182	35
k	0,68	0,68	0,69	0,85

Ответ: Массовая доля пропана 28,6%.

Аналогично находим массовые доли ω (%) остальных компонентов смеси: $\omega(\text{бутана}) = 33,46\%$, $\omega(\text{пентана}) = 30,46\%$, $\omega(\text{циклогексана}) = 7,22\%$.

Задача 2. Реакционную массу после нитрования толуола проанализировали методом газожидкостной хроматографии с применением этилбензола в качестве внутреннего стандарта. Определить процент непрореагировавшего толуола по следующим экспериментальным данным:

Взято толуола, г	12,7500
Внесено этилбензола, г	1,2530
$S_{\text{толуола}}, \text{мм}^2$	307
$k_{\text{толуола}}$	1,01
$S_{\text{этилбензола}}, \text{мм}^2$	352
$k_{\text{этилбензола}}$	1,02

Ответ: 8,49%.

Задача 3: Для хроматографического определения никеля на бумаге, пропитанной раствором диметилглиоксима, приготовили три стандартных раствора. Для этого навеску $0,2480 \text{ NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворили в мерной колбе на 50 мл. Затем из этой колбы взяли 5,0; 10,0 и 20,0 мл и разбавили в колбах на 50 мл. Исследуемый раствор также разбавили в мерной колбе на 50 мл.

Ответ: 18,45 мг.

Задача 4. Удерживаемый объём несорбирующегося компонента составляет 5 мл. На данной колонке расстояние удерживания (l_R) пропана при различных скоростях диаграммной ленты (q) составляет:

№	1	2
l_R , мм	7	1,75
q , -----	6	1,5
w , -----	60	60

Ответ: в случае условий №1 качественная идентификация возможна; в случае условий №2 качественная идентификация невозможна.

Задача 5. Удерживаемые объёмы бутана, пентана и этанола соответственно равны 57, 152 и 78 мл. Рассчитать индекс Ковача для этанола.

Ответ: 431,6

Задача 6. Расстояние от момента ввода пробы до выхода несорбирующегося компонента составляет 2,3 мм, до выхода 2-метилфенола 51 мм. Ширина пика 2-метилфенола у основания составляет 7 мм. Длина колонки 3 м. Вычислить высоту, эквивалентную теоретической тарелке.

Ответ: 3,87 мм.

Задача 7. На хроматограмме пентана и гексана время удерживания соединений соответственно 37 и 54 с. Ширина пиков на половине высоты равнялась 4,7 с для пентана и 6,8 с для гексана. Рассчитать степень разделения компонентов K_1 .

Ответ: степень разделения равна 1,5. Компоненты будут хорошо разделяться.

Задача 8. На хроматограмме обнаружены пики метанола, этанола и н-пропанола. Высота пиков равна соответственно 37, 184 и 17 мм. Ширина пиков на половине высоты 2,8, 10,2, и 2,4 мм соответственно. Рассчитать процентное содержание компонентов в смеси.

Ответ: 5,1% метанола, 92,9% этанола и 2,0% н-пропанола

Задача 9. Для построения градуировочного графика ацетилсалициловой кислоты были взяты его стандартные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 и 0.5 мг/л. Хроматографический анализ данных проб показал, что площади пиков стандартных растворов будут равны соответственно 10, 21, 32, 41 и 49 мм². Далее была взята проба неизвестной концентрации, площадь пика которой составила 37 мм². Установить концентрацию ацетилсалициловой кислоты в неизвестной пробе.

Ответ: 0,37 мг/л

Задача 10. При анализе сточных вод были обнаружены диметиламин, бензиламин и бензиловый спирт. Площадь их пиков на хроматограмме составила 180, 261, и 203 мм² соответственно. В смесь заранее был добавлен этиламин в качестве вещества-стандарта с концентрацией 5 мг/л. Площадь пика этиламина составила 214 мм². Рассчитать концентрацию компонентов в пробе, учитывая, что f_i будет равен 1.09, 1.18 и 0.98 соответственно.

Ответ: концентрации диметиламина, бензиламина и бензилового спирта равны 4.6, 7.2 и 4.7 мг/л

7.2.3 Примерный перечень заданий для решения прикладных задач

Задача 1. Определить массовую долю (%) компонентов газовой смеси по следующим данным:

Компонент смеси	пропан	бутан	пентан	циклогексан
S, мм ²	175	203	182	35
k	0,68	0,68	0,69	0,85

Ответ: массовая доля (%) пропана равна ω (пропана) 28,6 %
 ω (бутана) = 33,46 %; ω (пентана) = 30,46 %; ω (циклогексана) = 7,22 %.

Задача 2. Ширина основания хроматографического пика (μ) метанола составляет 16 мм. Расстояние на хроматограмме от момента введения пробы до середины пика метанола (l) составляет 8 см. Вычислить число теоретических тарелок данной колонки.

Ответ: $n = 400$.

Задача 3. Через колонку, содержащую 5,0 г катионита, пропустили 250,0 мл 0,050 М ZnSO₄. Вытекающий из колонки раствор собирали порциями по 50,0 мл, в каждой порции определяли содержание ионов цинка и получили следующие значения концентрации (моль/л): 1 – 0,008; 2 – 0,029; 3 – 0,038; 4 – 0,050; 5 – 0,050. Определить полную динамическую емкость (ммоль/г) катионита.

Ответ: динамическая емкость катионита для ионов цинка равна:
 $K = 7.50/5 = 1,50$ ммоль (1/2 Zn²⁺).

Задача 4. Рассчитать массовую долю (%) компонентов газовой смеси по

следующим данным, полученным методом газовой хроматографии:

вариант	Газ	S, мм ²	k
1	Этанол	3524	0,64
	метанол	13	0,58
2	Метан	207	1,23
	этан	4	1,15
3	динитробензол	305	1,22
	нитробензол	12	1,07

Ответ: вариант 1 – 99,67 % и 0,33 %; вариант 2 – 98,26 % и 1,74 %; вариант 3 – 96,52 % и 3,48 %.

Задача 5. Ширина основания хроматографического пика этанола составляет 20 мм. Число теоретических тарелок для этанола на данной колонке равно 2000. Скорость движения диаграммной ленты самописца 1200 мм/ч. Вычислить время удерживания этанола.

Ответ: 11 мин

Задача 6. Ширина основания хроматографического пика азота составляет 12 мм. Расстояние на хроматограмме от момента введения пробы до середины пика азота составляет 14 см. Вычислить число теоретических тарелок в данной колонке.

Ответ: 2780

Задача 7. При определении этилового спирта методом газовой хроматографии измерили высоту пиков в зависимости от массы спирта и получили следующие данные:

m, мг	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
h, мм	18	37	48	66	83

Для 0.02 г исследуемого раствора получен пик высотой 57 мм. Вычислить массовую долю (%) этилового спирта.

Ответ: 3,58 %

Задача 8. Рассчитать массовую долю (%) компонентов газовой смеси по следующим данным, полученным методом газовой хроматографии:

Вариант 1

Газ	S, мм ²	k
Бензол	20,6	0,78
Толуол	22,9	0,79
Этилбензол	30,5	0,82
кумол	16,7	0,84

Вариант 2

Газ	S, мм ²	k
О-ксилол	16,7	0,84
m-ксилол	20,3	0,81
n-ксилол	8,5	0,81
этилбензол	30,4	0,82

Ответ: вариант 1-21,95%; 24,72%; 34,17%; 19,16%

вариант 2 – 22,52%; 26,40%; 11,05%; 40,03%.

Задача 9. Реакционную массу после нитрования толуола проанализировали методом газожидкостной хроматографии с применением этилбензола в качестве внутреннего стандарта. Определить массовую долю (%) непрореагировавшего толуола по следующим экспериментальным данным:

вариант	взято		$S_{\text{толуола}}$, мм ²	k	$S_{\text{этилбензола}}$, мм ²	k
	$m_{\text{толуола}}$, Г	$M_{\text{этилбензола}}$, Г				
1	12,75	1,25	307	1,01	352	1,02
2	15,26	1,09	108	0,79	158	0,82
3	25,16	1,28	80	0,79	109	0,82

Ответ: 1) 8,47 %; 2) 4,70 %; 3) 3,60 %

Задача 10. Через колонку, заполненную катионитом массой 10 г, пропустили 250,0 мл. Выходящие из колонки порции раствора по 50,0 мл титровали 0,1 н. раствором тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($f_{\text{экв}} = 1$) и получили следующие результаты:

Порция раствора	1	2	3	4	5
Расход тиосульфата на титрование, мл	0	12,00	25,00	39,20	39,20

Вычислить динамическую емкость (ммоль/г) катионита по меди. если молярная масса эквивалента составляет $M(1/2 \text{Cu}^{2+})$.

Ответ: 1,69(1/2 Cu^{2+}) г.

Задача 11. Определите процентный состав смеси веществ по следующим данным, полученным при газовой хроматографии этилового спирта:

Соединения	S	k
Этанол	3524,2	0,64
Метанол	13,4	0,58

Ответ: этанол – 99,64%, метанол - 0,36%

7.2.4 Примерный перечень вопросов для подготовки к зачету

1. Привести пример использования хроматографического анализа при определении компонентов композитных материалов, мигрирующих в окружающую среду.
2. Объяснить принцип метода хроматографического анализа.
3. Представить классификацию хроматографических методов в зависимости от природы подвижной и неподвижной фазы.
4. Представить классификацию хроматографических методов в зависимости от аппаратного оформления.
5. Представить классификацию хроматографических методов в зависимости

от способа проведения процесса хроматографирования.

6. Дать теоретическое обоснование метода газо-жидкостной хроматографии.

7. Представить параметры выходной кривой в методе газо-жидкостной хроматографии.

8. Описать методы качественного анализа по параметрам удерживания в газовой хроматографии.

9. Описать методы количественного анализа газовой хроматографии.

10. Представить способы оценки эффективности хроматографических колонок.

11. Представить способы оценки селективности и разделительной способности хроматографических колонок.

12. Дать принципиальную схему газового хроматографа и технику выполнения анализа.

13. Перечислить вещества, используемые в качестве неподвижных фаз, требования к ним.

14. Описать принцип получения аналитического сигнала.

15. Привести пример хроматографического детектора, описать принцип действия детектора по теплопроводности.

7.2.5 Примерный перечень заданий для подготовки к экзамену

1. Представить методы практического расчёта хроматограмм.

2. Дать теоретическое обоснование метода ионообменной хроматографии.

3. Представить классификацию ионообменных материалов.

4. Представить классификацию методов ионообменной хроматографии.

5. Привести пример разделения смеси катионов на катионитах.

6. Привести пример разделения смеси анионов на анионитах.

7. Описать аппаратное оформление и технику выполнения анализа методом ионообменной хроматографии.

8. Представить классификацию методов тонкослойной хроматографии.

9. Каковы области применения, достоинства и недостатки а) тонкослойной хроматографии; б) газовой хромато-масс-спектрометрии; в) жидкостной хромато-масс-спектрометрии.

10. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов нормально-фазовой и обращенно-фазовой ВЭЖХ?

11. Какие требования предъявляются к сорбентам и растворителям, применяемым в НФ и ОФ ВЭЖХ? Назовите наиболее распространенные растворители и сорбенты в ВЭЖХ.

12. В чем сущность хроматографического разделения по методу: а) газоадсорбционной хроматографии; б) газожидкостной хроматографии; в) распределительной жидкостно-жидкостной хроматографии; г) обращенно-фазовой жидкостной хроматографии; д) тонкослойной хроматографии; е) ионообменной хроматографии?

13. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов газожидкостной хроматографии?

14. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов нормально-фазовой и обращенно-фазовой ВЭЖХ?

15. Какие способы применяют для определения эффективности хроматографических разделений

7.2.6. Методика выставления оценки при проведении промежуточной аттестации

Зачет проводится по тест-билетам, каждый из которых содержит 10 вопросов и задачу. Каждый правильный ответ на вопрос в тесте оценивается 1 баллом, задача оценивается в 10 баллов (5 баллов верное решение и 5 баллов за верный ответ). Максимальное количество набранных баллов – 20.

1. Оценка «Не зачтено» ставится в случае, если студент набрал менее 6 баллов.

2. Оценка «Зачтено» ставится в случае, если студент набрал более 6 баллов.

7.2.7 Паспорт оценочных материалов

№ п/п	Контролируемые разделы (темы) дисциплины	Код контролируемой компетенции	Наименование оценочного средства
1	Основные понятия, определения и теоретические основы хроматографии	ПК-13	Тест
2	Методы газовой хроматографии	ПК-13	Тест
3	Методы жидкостной хроматографии	ПК-13	Тест
4	Хроматографические свойства мигрирующих компонентов композитных материалов	ПК-13	Тест
5	Методы отбора проб и пробоподготовки	ПК-13	Тест
6	Алгоритмы аттестации хроматографических методик. Действующие нормативы по контролю мигрирующих компонентов композитных материалов в композитных материалах	ПК-13	Тест

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

Тестирование осуществляется, либо при помощи компьютерной системы тестирования, либо с использованием выданных тест-заданий на бумажном носителе. Время тестирования 30 мин. Затем осуществляется проверка теста экзаменатором и выставляется оценка согласно методики выставления оценки при проведении промежуточной аттестации.

Решение стандартных задач осуществляется, либо при помощи компьютерной системы тестирования, либо с использованием выданных задач на бумажном носителе. Время решения задач 30 мин. Затем осуществляется проверка решения задач экзаменатором и выставляется оценка, согласно методики выставления оценки при проведении промежуточной аттестации.

Решение прикладных задач осуществляется, либо при помощи

компьютерной системы тестирования, либо с использованием выданных задач на бумажном носителе. Время решения задач 30 мин. Затем осуществляется проверка решения задач экзаменатором и выставляется оценка, согласно методики выставления оценки при проведении промежуточной аттестации.

Защита курсовой работы, курсового проекта или отчета по всем видам практик осуществляется согласно требованиям, предъявляемым к работе, описанным в методических материалах. Примерное время защиты на одного студента составляет 20 мин.

8 УЧЕБНО МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ)

8.1 Перечень учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины

1. Другов, Ю.С. Анализ загрязненной почвы и опасных отходов : практическое руководство [Электронный ресурс]: / Ю.С. Другов, А.А. Родин . М.: 'Лаборатория знаний' (ранее 'БИНОМ. Лаборатория знаний'), 2015 469 с. Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=70699

2. Конюхов В. Ю. Хроматография: учебник. [Электронный ресурс] - Санкт-Петербург: Лань, 2012. - 224 с. Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4044

3. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: учебное пособие [Электронный ресурс] / Ю. Я. Харитонов, Д. Н. Джабаров, В. Ю. Григорьева. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/ru/book/ISBN9785970421994.html>

4. Рудаков О.Б., ВЭЖХ. Сорбаты, сорбенты и элюенты / О.Б. Рудаков, В.Ф. Селеменев, Л.В. Рудакова / ВГАСУ. Воронеж. 2016. 205 с.

8.2 Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине, включая перечень лицензионного программного обеспечения, ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», современных профессиональных баз данных и информационных справочных систем:

Чтение лекций осуществляется с использованием презентаций в программе «Microsoft PowerPoint», изучение параметров хроматограмм на компьютерной демонстрационной программе-тренажере «Жидкостный хроматограф»

Интернет-ресурсы:

Аналитическая химия в России - <http://www.rusanalytchem.org/default.aspx>

Российский химико-аналитический портал - <http://www.anchem.ru/>

Сайт для хроматографистов - <http://www.chromatograf29.ru/>

Статистика в аналитической химии - <http://chemstat.com.ru/>

Сто лет хроматографии -

<http://bio.fizteh.ru/student/biotech/2006/hromatografiya.html>

Теория и практика хроматографии - <http://www.chromatogramma.ru/>

9 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БАЗА, НЕОБХОДИМАЯ ДЛЯ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО ПРОЦЕССА

1. Компьютерный тренажер «Жидкостный хроматограф»
2. Набор для ТСХ
3. Весы аналитические
4. Шкаф сушильный

10. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

По дисциплине «Хроматографические методы анализа качества и безопасности композитов» читаются лекции, проводятся практические занятия, выполняется курсовая работа.

Основой изучения дисциплины являются лекции, на которых излагаются наиболее существенные и трудные вопросы, а также вопросы, не нашедшие отражения в учебной литературе.

Практические занятия направлены на приобретение практических навыков расчета градуировочных уравнений, метрологических характеристик хроматографических методик, количественных характеристик хроматограмм. Занятия проводятся путем решения конкретных задач в аудитории.

Методика выполнения курсовой работы изложена в учебно-методическом пособии. Выполнять этапы курсовой работы должны своевременно и в установленные сроки.

Контроль усвоения материала дисциплины производится проверкой курсовой работы, защитой курсовой работы.

Вид учебных занятий	Деятельность студента
Лекция	Написание конспекта лекций: кратко, схематично, последовательно фиксировать основные положения, выводы, формулировки, обобщения; пометать важные мысли, выделять ключевые слова, термины. Проверка терминов, понятий с помощью энциклопедий, словарей, справочников с выписыванием толкований в тетрадь. Обозначение вопросов, терминов, материала, которые вызывают трудности, поиск ответов в рекомендуемой литературе. Если самостоятельно не удастся разобраться в материале, необходимо сформулировать вопрос и задать преподавателю на лекции или на практическом занятии.
Практическое занятие	Конспектирование рекомендуемых источников. Работа с конспектом лекций, подготовка ответов к контрольным вопросам, просмотр рекомендуемой литературы. Прослушивание аудио- и видеозаписей по заданной теме, выполнение расчетно-графических заданий, решение задач по алгоритму.
Самостоятельная работа	Самостоятельная работа студентов способствует глубокому усвоению учебного материала и развитию навыков самообразования. Самостоятельная работа предполагает следующие составляющие: <ul style="list-style-type: none">- работа с текстами: учебниками, справочниками, дополнительной литературой, а также проработка конспектов лекций;- выполнение домашних заданий и расчетов;- работа над темами для самостоятельного изучения;

	<ul style="list-style-type: none">- участие в работе студенческих научных конференций, олимпиад;- подготовка к промежуточной аттестации.
Подготовка к промежуточной аттестации	Готовиться к промежуточной аттестации следует систематически, в течение всего семестра. Интенсивная подготовка должна начаться не позднее, чем за месяц-полтора до промежуточной аттестации. Данные перед зачетом, экзаменом три дня эффективнее всего использовать для повторения и систематизации материала.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

№ п/п	Перечень вносимых изменений	Дата внесения изменений	Подпись заведующего кафедрой, ответственной за реализацию ОПОП
----------	-----------------------------	----------------------------	--