

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«АСТРАХАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Министерства здравоохранения Российской Федерации

«ПРИНЯТО»
Ученым Советом ФГБОУ ВО
Астраханский ГМУ
Минздрава России
протокол № 3
от «21» октября 2020 г.

УТВЕРЖДАЮ



Ректор
д.м.н., профессор
[Signature] / О.А. Башкина/
«21» октября 2020 г.

**ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ ПРОГРАММА
ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ**

**«Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография.
Начинающие специалисты»**
(срок освоения 72 академических часа)

Астрахань 2020

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ ПРОГРАММА
ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ
«Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография.
Начинающие специалисты»

Согласовано:

Проректор по последипломному
образованию
ФГБОУ ВО «Астраханский ГМУ»
Минздрава России д.м.н., профессор


 / М.А.Шаповалова/

Разработчики:


Руководитель НИЦ
к.м.н., доцент

 / А.Л. Ясенявская /

Научный сотрудник НИЦ, к.б.н.

 / О.В. Астафьева /

Научный сотрудник НИЦ

 / З.В. Жаркова /

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Введение. Хроматография – это обширная область физико-химических методов анализа, которая занимается разработкой технологий разделения сложных по составу многокомпонентных смесей.

Хроматография нашла применение в различных областях: в химической, нефтехимической, газовой, пищевой, целлюлозно-бумажной и многих других; прежде всего в технологическом контроле и автоматическом поддержании оптимального режима производства, в контроле исходного сырья и качества готовой продукции, анализе газовых и водных сбросов производства.

В медицине и фармации методы хроматографии используют в медико-биологических исследованиях, в клинической практике для диагностики различных заболеваний, при анализе сложных лекарственных препаратов, для определения чистоты лекарств и изучения их метаболизма в организме. Препаративную хроматографию используют при производстве лекарств. На промышленную основу поставлено хроматографическое выделение фуллеренов, сапонинов, гистонов, плазмид, ДНК, антибиотиков и многих других ценнейших природных и синтезируемых веществ.

Хроматографические методы незаменимы в контроле качества и безопасности пищевых продуктов. Пищевую ценность продуктов определяют, анализируя аминокислотный состав белков, изомерный состав жирных кислот и глицеридов в жирах, углеводы, органические кислоты и витамины. Для оценки безопасности продуктов в них выявляют пищевые добавки (консерванты, антиоксиданты, подслащивающие вещества, красители и др.), пестициды, микотоксины, нитрозамины, полиароматические углеводороды, антибиотики, определяют свежесть продуктов, устанавливают ранние стадии порчи и допустимые сроки хранения. Методами газовой хроматографии определяют фальсификацию продукции по жирнокислотному составу, наличие стероидов.

В судебной экспертизе методом хроматографии анализируют нефтепродукты, использованные в случае поджогов, выявляют факты подделок и фальсификаций горюче-смазочных материалов. Анализируют также лакокрасочные материалы и покрытия, в том числе частицы окраски автомобилей, красящие компоненты чернил для идентификации письменных материалов или определения давности документов, древесину, взрывчатые вещества, продукты взрывов и выстрела и др.

Хроматографические методы применяют в экологической экспертизе для мониторинга объектов окружающей среды (воздуха, воды, почвы): определяют содержание остаточных количеств пестицидов, полихлорированных бифенилов, нефтепродуктов, полиароматических углеводородов, фенола, стирола, толуола, метилмеркаптана и др.

В нефтехимической промышленности и энергетике методы хроматографии (в основном газовую хроматографию) применяют для анализа компонентного состава природного, попутного и сжиженного газа, для

определения компонентного и фракционного состава нефти и нефтепродуктов, в том числе автомобильного топлива; для анализа содержания сероводорода и меркаптанов в природном газе и нефти; для анализа содержания хлорорганических соединений в нефти; для анализа газов, растворенных в масле силовых трансформаторов, а также влаги, антиокислительных присадок, фурановых производных, полихлорбифенилов; для анализа нефтепродуктов и др.

Широкое применение хроматографии обуславливает необходимость в квалифицированных специалистах в данной области.

Программа может быть использована для обучения начинающих специалистов, работающих с использованием газовой хроматографии.

Цель дополнительной профессиональной программы повышения квалификации по специальности «Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография. Начинающие специалисты» (далее – программа), в соответствии с положениями частей 1 и 4 статьи 76 Федерального закона «Об образовании в Российской Федерации» ФЗ- 273 от 29.12.2012 г., заключается в удостоверении образовательных и профессиональных потребностей, профессионального развития человека, обеспечении соответствия его квалификации меняющимся условиям профессиональной деятельности и социальной среды.

Данная программа направлена на получение базовых теоретических и практических навыков по газовой хроматографии.

Трудоемкость освоения – 72 академических часа (1 академический час равен 45 минутам). Форма обучения – очно-заочная с использованием дистанционных образовательных технологий (ДОТ).

Курс состоит из лекций и практических занятий.

Условия реализации дополнительной профессиональной программы повышения квалификации «Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография. Начинающие специалисты» включают:

– учебно-методическую документацию и материалы по всем разделам (модулям) специальности;

– материально-технические базы, обеспечивающие организацию всех видов дисциплинарной подготовки:

- учебные аудитории, оснащенные материалами и оборудованием для проведения учебного процесса;
- лаборатории научно-исследовательского центра, оснащенные необходимым оборудованием для проведения практических занятий.

Для формирования профессиональных компетенций в программе отводятся часы на стажировку (практическую отработку навыков), проводимой в лабораториях НИЦ, расположенного по адресу г. Астрахань, Началовское шоссе, 9.

II. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ

В результате освоения программы слушатель должен знать:

- 1) теоретические основы хроматографического процесса;
- 2) физико-химические основы хроматографии;
- 3) принципы организации рабочего места хроматографиста;
- 4) виды хроматографических анализов и принципы их выбора;
- 5) влияние факторов на хроматографическое разделение.

В результате освоения программы слушатель должен уметь:

- 1) организовать рабочее место хроматографиста;
- 2) планировать и проводить качественные и количественные хроматографические анализы;
- 3) интерпретировать результаты хроматографического анализа.

В результате освоения программы слушатель должен владеть:

- 1) метрологическими основами газохроматографического анализа;
- 2) методологией выбора хроматографического анализа, навыками их реализации.

III. ТРЕБОВАНИЯ К ИТОГОВОМУ ЗАЧЕТУ

1. Итоговая аттестация по дополнительной профессиональной программе повышения квалификации «Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография. Начинающие специалисты» продолжительностью 72 академических часа проводится в форме зачета и должна выявлять теоретическую и практическую подготовку специалиста в соответствии с требованиями квалификационных характеристик и профессиональных стандартов.

2. Обучающийся допускается к итоговой аттестации после изучения учебных модулей в объеме, предусмотренном учебным планом дополнительной профессиональной программы повышения квалификации продолжительностью 72 академических часа.

3. Лица, освоившие дополнительную профессиональную программу повышения квалификации продолжительностью 72 академических часа и успешно прошедшие итоговую аттестацию, получают документ установленного образца – Удостоверение о повышении квалификации.

IV. РАБОЧИЕ ПРОГРАММЫ УЧЕБНЫХ МОДУЛЕЙ

РАЗДЕЛ 1

Введение

| Код | Наименования тем, элементов и подэлементов |
|------|--|
| 1.1. | Введение |
| 1.2. | Теоретические аспекты хроматографии |
| 1.3. | Физико-химические основы газовой хроматографии |
| 1.4. | Размещение газохроматографического комплекса |

РАЗДЕЛ 2

Аппаратное обеспечение газохроматографического анализа

| Код | Наименования тем, элементов и подэлементов |
|------|--|
| 2.1. | Принципиальная схема газового хроматографа |
| 2.2. | Подвижная фаза. Требования к газам-носителям |
| 2.3. | Хроматографические колонки |
| 2.4. | Дозирование пробы |
| 2.5. | Детектирование |

РАЗДЕЛ 3

Качественный и количественный анализ

| Код | Наименования тем, элементов и подэлементов |
|------|---|
| 3.1. | Параметры удерживания веществ |
| 3.2. | Влияние различных факторов на хроматографическое разделение |
| 3.3. | Качественный газохроматографический анализ |
| 3.4. | Количественный газохроматографический анализ |

РАЗДЕЛ 4

Стажировка

| Код | Наименования тем, элементов и подэлементов |
|-----|---|
| 4.1 | Изучение общего устройства газового хроматографа. |
| 4.2 | Начало работы. Основные операции. |
| 4.3 | Принципы проведения градуировки |
| 4.4 | Техническое обслуживание. Выявление неисправностей. |

V. УЧЕБНЫЙ ПЛАН

Цель освоения дисциплины «Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография. Начинающие специалисты» является получение базовых теоретических и практических навыков по газовой хроматографии.

Категория слушателей: начинающие специалисты, работающие с использованием газовой хроматографии

Трудоемкость освоения: 72 часа.

Форма обучения: очно-заочная с использованием дистанционных образовательных технологий (ДОТ).

Режим занятий: 6 часов в день

| | Наименование разделов дисциплин и тем | Всего часов | В том числе | | Форма контроля |
|----------------------------|--|-------------|-------------|-----------|---|
| | | | Лекции | СТЖ (ДОТ) | |
| 1. | Введение | 8 | 8 | | Текущий контроль (тесты) |
| 1.1. | Введение | | 1 | | |
| 1.2. | Теоретические аспекты хроматографии | | 3 | | |
| 1.3. | Физико-химические основы газовой хроматографии | | 3 | | |
| 1.4. | Размещение газохроматографического комплекса | | 1 | | |
| 2. | Аппаратное оформление газохроматографического анализа | 10 | 10 | | Текущий контроль (тесты) |
| 2.1 | Принципиальная схема газового хроматографа | | 1 | | |
| 2.2 | Подвижная фаза. Требованиям к газам-носителям | | 2 | | |
| 2.3 | Хроматографические колонки | | 3 | | |
| 2.4 | Дозирование пробы | | 2 | | |
| 2.5. | Детектирование | | 2 | | |
| 3. | Качественный и количественный анализ | 20 | 20 | | Текущий контроль (тесты) |
| 3.1 | Параметры удерживания веществ | | 4 | | |
| 3.2. | Влияние различных факторов на хроматографическое разделение | | 4 | | |
| 3.3. | Качественный газохроматографический анализ | | 4 | | |
| 3.4. | Количественный газохроматографический анализ | | 8 | | |
| 4. | Стажировка | 34 | | 34 | Текущий контроль (ситуационный задачи) |
| 4.1 | Изучение общего устройства хроматографа | | | 8 | |
| 4.2 | Начало работы. Основные операции | | | 10 | |
| 4.3 | Принципы проведения градуировки | | | 10 | |
| 4.4. | Техническое обслуживание. Выявление неисправностей | | | 6 | |
| Итоговая аттестация | | | | | Заключительный контроль (тесты) |
| Всего | | 72 | 38 | 34 | |

Содержание программ учебных модулей

| Код | Название темы | Основное содержание |
|--|--|--|
| Раздел 1. Введение | | |
| 1.1 | Тема 1. Введение | Введение. Области применения хроматографических методов, в том числе газовой хроматографии. Принципы выбора хроматографических методик |
| 1.2. | Тема 2. Теоретические аспекты хроматографии | 2. Определение хроматографии. Краткая история развития метода. Особенности хроматографических методов. Классификация хроматографических методов. |
| 1.3. | Тема 3. Физико-химические основы газовой хроматографии | Основные термины и определения в газовой хроматографии. Принципы разделения веществ в газовой хроматографии. Этапы хроматографического анализа. |
| 1.4. | Тема 4. Размещение газохроматографического комплекса | Требования к помещению и рабочему месту. Требования к электропитанию. Требования к газобаллонному оборудованию |
| Раздел 2. Аппаратное оформление газохроматографического анализа | | |
| 2.1 | Тема 5. Принципиальная схема газового хроматографа | 5. Расположение основных узлов газового хроматографа. Газовая схема. |
| 2.2 | Тема 6. Подвижная фаза. Требования к газам-носителям. | Принципы выбора газа-носителя. Основные требования к газам-носителям. Очистка газа-носителя. Основные характеристики газов-носителей, используемых в газовой хроматографии (азот, водород, кислород, аргон, гелий, углекислый газ, воздух). |
| 2.3 | Тема 7. Хроматографические колонки | 7. Аналитические колонки. Капиллярные колонки. Насадочные колонки. Препаративные колонки. Требования к материалу колонок. Колонки, приготовленные методом микромеханики. Монолитные колонки. Газоадсорбционные и газожидкостные колонки. Характерные порядки эффективности для ГХ колонок. 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. Выбор неподвижной жидкой фазы или сорбента. Выбор длины колонки и ее диаметра. Влияние величины пробы на эффективность разделения, перегрузка колонки. Разделительные схемы, включающие в себя несколько колонок. |
| 2.4. | Тема 8. Дозирование пробы | Требования к вводу пробы. Ввод пробы в колонку: со сбросом, split/splitless, прямой ввод в колонку. Использование различных инжекторов для решения аналитических задач разделения. Ввод газообразных проб. Газовый кран, газовый шток, газовая петля. Ввод жидких проб. Устройства ввода жидких проб. Ввод твердых проб. Характерные значения параметров потоков, температур и давления для инжекторов и колонок. Требования к испарителям. |

| | | |
|---|--|--|
| 2.5. | Тема Детектирование | 9. Требования к детекторам. Основные характеристики детекторов, их виды. Основные детекторы, применяемые в газовой хроматографии. Термохимический детектор. Детектор по теплопроводности (катарометр). Пламенно-ионизационный детектор. Термоионный детектор. Фотоионизационный детектор. Электронозахватный детектор. Масс-спектрометрический детектор. Пламенно-фотометрический детектор. Хемилюминесцентный детектор. Чувствительность детектора. Предел обнаружения. Линейность детектора. Селективность детектора. Сравнение детекторов. Выбор детектора для конкретных задач |
| Раздел 3. Качественный и количественный анализ | | |
| 3.1 | Тема 10. Параметры удерживания веществ | Время удерживания. Расстояние удерживания. Удерживаемый объем. Мертвое время. Коэффициент емкости. Исправленное расстояние удерживания. Исправленный объем удерживания. Приведенный объем удерживания Эффективный объем удерживания. Абсолютные параметры удерживания. Относительные параметры удерживания. Индекс удерживания Ковача. |
| 3.2. | Тема 11. Влияние различных факторов на хроматографическое разделение | Теория тарелок. Эффективность. Число теоретических тарелок. Селективность. Влияние степени летучести веществ на эффективность разделения. Степень разделения. Влияние скорости потока газа-носителя на разделение. Влияние неподвижной фазы на эффективность разделения. Влияние температуры на параметры разделения: влияния температуры на параметры удерживания; влияния температуры на параметры газа-носителя; влияние температуры на степень размывания хроматографического пика. Разделение с программированием температуры. |
| 3.3. | Тема Качественный газохроматографический анализ | 12. Основные задачи качественного анализа. Идентификация веществ по величине относительных параметров удерживания веществ. Идентификация по эталонным веществам. |
| 3.4 | Тема Количественный газохроматографический анализ | 13. Параметры пика. Высота пика. Площадь пика. Устойчивость параметров пика к изменениям условий анализа. Методы количественного анализа. Метод абсолютной калибровки. Метод стандартной добавки. Метод внутреннего стандарта. Метод внутренней нормализации |
| Раздел 4. Стажировка | | |
| 4.1 | Тема 14. Изучение общего устройства хроматографа. | Основные узлы газового хроматографа на примере газового хроматографа Кристалл 5000.2. Проверка правильности подключения узлов. Включение хроматографа. Подключение газов. Установка фильтров, компрессора, генератора водорода, автосемплера. |
| 4.2 | Тема 15. Начало работы. Основные операции | Устройство работы основных узлов хроматографа. Работа с программным обеспечением «Хроматэк-Аналитик». Настройка режима хроматографа. Настройка метода. Изучение режимов: работа, охлаждение, кондиционирование. Запись холостой хроматограммы. Оценка шумовой характеристики детекторов. Методология поверки. Операции поверки. Средства поверки. Подготовка к поверке и |

| | | |
|------|--|--|
| | | проведение поверки. Формирование отчета. |
| 4.3 | Тема 16. Принципы проведения градуировки и количественного анализа | Проведение градуировки. Построение градуировочного графика. Создание на основе градуировки метода. Получение хроматограммы. Поиск пиков. Параметры обработки хроматограммы. Расчет средних. Настройка разметки пиков. Ручная разметка. Разметка по шаблону. Настройка параметров идентификации. Настройка таблицы компонентов. |
| 4.4. | Тема 17. Техническое обслуживание. Выявление неисправностей | Текущее и периодическое техническое обслуживание хроматографа. Общая оценка состояния хроматографа. Обслуживание компрессора и генератора водорода. Замена фильтров. Замена мембран в испарителе, лайнера. Промывка лайнера, забивка лайнера. Проверка герметичности системы. Установка капиллярных колонок. Устранение основных видов неисправностей (негерметичность, ложные пики, отсутствие пиков, размывание пиков, отсутствие сходимости результатов). Расходные материалы для хроматографии. Рекомендации по замене и регенерации расходных материалов и изнашиваемых частей. Рекомендации по эксплуатации. |

Примеры заданий для контроля

Раздел 1. Введение

1. Хроматография – это процесс:

- 1) разделения смесей веществ, основанный на химическом взаимодействии разделяемых компонентов со второй контактирующей фазой.
- 2) разделения смесей веществ, основанный на количественных различиях в поведении разделяемых компонентов при их непрерывном перераспределении между двумя контактирующими фазами, одна из которых неподвижна, а другая имеет постоянное направление движения.
- 3) разделения смесей веществ, основанный на необратимом смешивании разделяемых компонентов во второй контактирующей фазе.

2. По принципу взаимодействия разделяемых компонентов смеси со структурными компонентами неподвижной фазы выделяют хроматографию:

- 1) распределительную
- 2) тонкослойную
- 3) адсорбционную
- 4) колоночную
- 5) препаративную
- 6) осадочную
- 7) афинную

3. По расположению неподвижной фазы выделяют хроматографию:

- 1) колоночную

- 2) распределительную
- 3) препаративную
- 4) аналитическую
- 5) плоскостную

4. По сфере применения выделяют хроматографию:

- 1) осадочную
- 2) препаративную
- 3) тонкослойную
- 4) распределительную
- 5) аналитическую
- 6) разделительную

5. Сопоставьте вид хроматографии и принцип взаимодействия разделяемых компонентов и неподвижной фазы, на котором он основан:

- | | |
|--------------------|--|
| 1) адсорбционная | А) образование малорастворимых соединений с различной степенью растворимости |
| 2) осадочная | Б) взаимодействие «антиген-антитело» |
| 3) ионообменная | В) образование комплексных соединений с различной константой нестойкости |
| 4) афинная | Г) разделение за счёт различного заряда разделяемых молекул |
| 5) лигандообменная | Д) сорбция и десорбция |

Заполните таблицу:

| А | Б | В | Г | Д |
|---|---|---|---|---|
| | | | | |

6. К плоскостной хроматографии относятся:

- 1) тонкослойная хроматография
- 2) газо-жидкостная хроматография
- 3) сверхвысокоэффективная жидкостная хроматография
- 4) высокоэффективная жидкостная хроматография
- 5) бумажная хроматография

7. К колоночной хроматографии относятся:

- 1) тонкослойная хроматография
- 2) газо-жидкостная хроматография
- 3) сверхвысокоэффективная жидкостная хроматография
- 4) высокоэффективная жидкостная хроматография
- 5) бумажная хроматография

8. Методом газовой хроматографии можно разделять вещества:

- 1) газообразные
- 2) летучие

- 3) водные растворы
- 4) термостабильные
- 5) термолабильные

9. Метод хроматографии был изобретён:

- 1) М. В. Ломоносовым
- 2) А. И. Несмеяновым
- 3) М. С. Цветом
- 4) А. Эйнштейном
- 5) А. Мартином и М. Сингом

10. Хроматографический метод анализа является методом

- 1) качественного анализа
- 2) количественного анализа
- 3) и качественного, и количественного анализа
- 4) физическим методом анализа
- 5) физико-химическим методом анализа
- 6) химическим методом анализа

11. Укажите виды хроматографии в зависимости от агрегатного состояния фаз:

- 1) газо - жидкостная
- 2) жидкость - жидкостная
- 3) газо - твердофазная
- 4) жидкость - твердофазная
- 5) ионообменная
- 6) адсорбционная
- 7) распределительная
- 8) плоскостная
- 9) колоночная

12. Укажите виды хроматографии в зависимости от механизма разделения:

- 1) газо - жидкостная
- 2) жидкость - жидкостная
- 3) газо - твердофазная
- 4) жидкость - твердофазная
- 5) ионообменная
- 6) адсорбционная
- 7) распределительная
- 8) плоскостная
- 9) колоночная

13. Что называют элюентом?

- 1) поток жидкости или газа, прошедший через слой неподвижной фазы

- 2) неподвижную фазу
- 3) поток жидкости или газа, перемещающий анализируемые вещества вдоль неподвижной фазы
- 4) смесь анализируемых веществ

14. Что называют элюатом?

- 1) поток жидкости или газа на выходе из хроматографической колонки
- 2) поток жидкости или газа на входе в хроматографическую колонку
- 3) поток жидкости или газа в хроматографической колонке
- 4) неподвижную фазу

15. Сопоставьте виды газовой хроматографии и их характеристики:

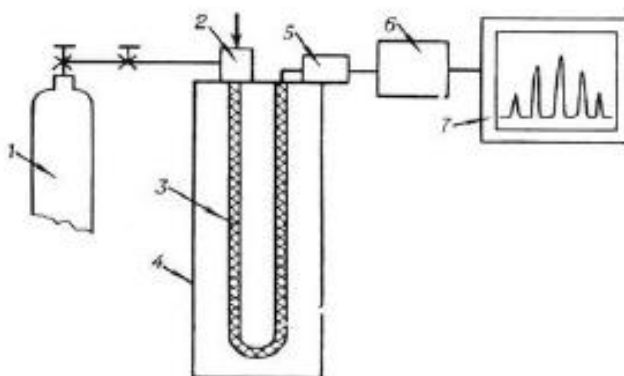
- | | |
|------------------------------------|--|
| 1) газоадсорбционная хроматография | А) неподвижная фаза – адсорбент |
| | Б) неподвижная фаза – жидкость, нанесенная на твердый носитель |
| 2) газожидкостная хроматография | В) разделение компонентов основано на различии разделяемых веществ в величинах адсорбции на поверхности адсорбента |
| | Г) разделение компонентов основано на различии в растворимости компонентов анализируемой смеси в неподвижной жидкой фазе |

Ответ занесите в таблицу:

| А | Б | В | Г |
|---|---|---|---|
| | | | |

Раздел 2. Аппаратное оформление газохроматографического анализа

1. Обозначьте узлы на приведённой ниже блок-схеме газового хроматографа:



- | | | | |
|--------------|-------------|-----------------------------|-------------------------------|
| А) инжектор | В) колонка | Д) интегратор | Ж). ёмкость с газом-носителем |
| Б) термостат | Г) детектор | Е) преобразователь сигналов | |

Ответ занесите в таблицу:

| А | Б | В | Г | Д | Е | Ж |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | |

2. Основными узлами газового хроматографа являются

- 1) баллон со сжатым газом
- 2) испаритель
- 3) хроматографическая колонка
- 4) генератор азота
- 5) детектор
- 6) устройство ввода пробы

3. В газовой хроматографии применяются следующие типы колонок:

- 1) насадочные
- 2) ионообменные
- 3) капиллярные
- 4) металлические

4. Выберите газы, которые не используются в газовой хроматографии в качестве подвижной фазы:

- 1) гелий
- 2) кислород
- 3) азот
- 4) метан
- 5) ацетилен
- 6) аргон

5. Выберите типы детекторов, применяемых в газовой хроматографии:

- 1) пламенно-ионизационный детектор
- 2) детектор по светорассеянию
- 3) УФ-спектрофотометрический детектор
- 4) кондуктометрический детектор
- 5) детектор по теплопроводности
- 6) электрозахватный детектор
- 7) масс-селективные детекторы
- 8) полярографический детектор

6. На измерении степени силы тока в плазме пламени при сгорании веществ в токе водорода основан принцип действия:

- 1) фотоионизационного детектора
- 2) детектора по теплопроводности
- 3) пламенно-ионизационного детектора
- 4) электрохимического детектора
- 5) амперометрического детектора

7. При использовании масс-селективных детекторов в газовой хроматографии применяются следующие способы ионизации:

- 1) электроспрей
- 2) электронная ионизация
- 3) химическая ионизация
- 4) направленный электронный удар
- 5) термоспрей

8. Соотнесите основные системы газового хроматографа и их функции

- | | | |
|----|---|---|
| 1) | система подготовки газов | А) устройство с самоуплотняющейся резиновой мембраной или кран-дозатор |
| 2) | система дозирования | Б) преобразует соответствующие изменения физических или физико-химических свойств бинарных смесей в электрический сигнал |
| 3) | система детектирования | В) служит для установки, стабилизации и очистки потоков газ-носителя и дополнительных газов |
| 4) | система термостатирования | Г) преобразует изменения физико-химических параметров в электрический сигнал, величина и форма которого регистрируются на мониторе компьютера |
| 5) | система регистрации | Д) позволяет вести управление экспериментом и обработку результатов в диалоговом режиме |
| 6) | система инструментальной обработки данных | Е) служит для установки и поддержания рабочих температур в узлах хроматографа |

Заполните таблицу:

| А | Б | В | Г | Д | Е |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | |

9. Соотнесите полярность неподвижной фазы и разделяемые соединения

- | | |
|-------------------|---|
| 1) неполярная | А) кислородсодержащие соединения |
| 2) малополярная | Б) сильнополярная соединения |
| 3) среднеполярная | В) слабополярные кислородсодержащие и ароматически соединения |
| 4) полярная | Г) ароматические соединения, неполярные алифатически смеси полярных и неполярных соединений |
| 5) сильнополярная | Д) углеводороды с большим содержанием ароматически колец |

Ответ занесите в таблицу:

| А | Б | В | Г | Д |
|---|---|---|---|---|
| | | | | |

10. Степень взаимодействия анализируемого вещества с детектором и определение величины сигнала, соответствующего содержанию вещества в газоносителе –

- 1) эффективность детектора
- 2) селективность детектора
- 3) чувствительность детектора
- 4) предел обнаружения детектора

11. Закономерность передачи тепла от разогретого чувствительного элемента в окружающую газовую среду лежит в основе функционирования:

- 1) пламенно-фотометрического детектора
- 2) детектора по теплопроводности
- 3) пламенно-ионизационного детектора
- 4) электрозахватного детектора
- 5) термоионного детектора

12. Способность молекул вещества реагировать со свободными электронами с образованием стабильных отрицательных молекулярных ионов лежит в основе работы:

- 1) пламенно-фотометрического детектора
- 2) детектора по теплопроводности
- 3) пламенно-ионизационного детектора
- 4) электрозахватного детектора
- 5) термоионного детектора

13. Прямой ввод пробы –

- 1) ввод пробы в колонки с внутренним диаметром более 530 мкм
- 2) ввод пробы, при котором основное количество пробы отводится через линию сброса и лишь небольшая часть попадает в колонку
- 3) ввод пробы, при котором вся проба после испарения попадает в колонку
- 4) ввод пробы в колонки с внутренним диаметром менее 530 мкм

14. Ввод пробы с делением потока –

- 1) ввод пробы в колонки с внутренним диаметром более 530 мкм
- 2) ввод пробы, при котором основное количество пробы отводится через линию сброса и лишь небольшая часть попадает в колонку
- 3) ввод пробы, при котором вся проба после испарения попадает в колонку
- 4) ввод пробы в колонки с внутренним диаметром менее 530 мкм

15. Какие устройства ввода не рекомендуется использовать при анализе газообразных проб

- 1) газовый кран
- 2) газовая петля
- 3) микрошприц
- 4) газовый шток

Раздел 3. Качественный и количественный анализ.

1. Выберите верную характеристику времени удерживания

- 1) время от момента ввода пробы в хроматографическую колонку до момента выхода из неё максимальной концентрации определяемого вещества
- 2) время от момента ввода пробы в хроматографическую колонку до момента выхода последнего компонента
- 3) время от момента ввода пробы до момента выхода растворителя
- 4) время окончания работы хроматографа

2. Выберите параметры хроматограммы, характеризующие количество анализируемого компонента

- 1) площадь пика
- 2) высота пика
- 3) произведение высоты пика на время удерживания
- 4) полуширина пика

3. Основными методами количественного анализа служат

- 1) метод установления подвижности веществ
- 2) метод абсолютной градуировки
- 3) метод внутренней нормализации
- 4) метод внутреннего стандарта
- 5) метод идентификации по времени удерживания

4. Время от момента ввода пробы несорбируемого вещества в хроматограф до момента регистрации максимума сигнала детектора, называется

- 1) исправленное (приведённое) время удерживания
- 2) мёртвое время
- 3) абсолютное время удерживания
- 4) время удерживания

5. Какие параметры можно определить по хроматограмме:

- 1) число теоретических тарелок (ЧТТ)
- 2) высота, эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ)
- 3) высота пика (H)
- 4) площадь пика (S)
- 5) время удерживания (t_R)
- 6) фактор разрешения (R_s)

6. Газовая хроматография в фармацевтическом анализе не применяется для:

- 1) анализа подлинности
- 2) определения специфических примесей
- 3) количественного определения
- 4) разделения анализируемой смеси с целью проведения дальнейшего анализа
- 5) анализа остаточных органических растворителей

7. Величина, характеризующая количество повторяемых взаимодействий компонентов разделяемой смеси с неподвижной фазой называется:

- 1) высота эквивалентная теоретической тарелке
- 2) фактор асимметрии
- 3) фактор симметрии
- 4) фактор разделения
- 5) число теоретических тарелок
- 6) индекс Ковача

8. Безразмерная величина, характеризующая удерживание вещества и равная отношению абсолютного объема удерживания к свободному объему колонки, называется:

- 1) высота эквивалентная теоретической тарелке
- 2) фактор асимметрии
- 3) фактор удерживания
- 4) фактор разделения
- 5) число теоретических тарелок
- 6) индекс Ковача

9. Безразмерная величина, характеризующая разделительную способность колонки по отношению к веществам А и Б и численно равная отношению факторов удерживания или приведенных времен (объемов) удерживания, называется:

- 1) высота эквивалентная теоретической тарелке
- 2) коэффициент селективности
- 3) фактор удерживания
- 4) фактор разделения
- 5) число теоретических тарелок
- 6) индекс Ковача

10. Время от момента ввода пробы вещества в хроматограф до момента регистрации максимума соответствующего хроматографического пика, называется:

- 1) исправленное (приведённое) время удерживания
- 2) мёртвое время

3) абсолютное время удерживания

11. Абсолютное время удерживания за вычетом мертвого времени, называется

- 1) исправленное (приведённое) время удерживания
- 2) мёртвое время
- 3) абсолютное время удерживания

12. Объем газа-носителя, прошедший через хроматографическую колонку от момента ввода пробы до момента выхода максимальной концентрации определяемого вещества, измеренное при давлении и температуре на выходе из колонки –

- 1) исправленный удерживаемый объем
- 2) удерживаемый объем
- 3) приведенный удерживаемый объем
- 4) эффективный (чистый) удерживаемый объем

13. Способность системы «предотвращать» размывание зон разделяемых веществ –

- 1) селективность
- 2) эффективность
- 3) степень разделения

14. Мера относительного удерживания или относительной подвижности двух веществ –

- 1) селективность
- 2) эффективность
- 3) степень разделения

15. Выберите верные утверждения. С увеличением температуры:

- 1) время анализа увеличится
- 2) время анализа уменьшится
- 3) время анализа не изменится
- 4) адсорбционные процессы уменьшаются
- 5) адсорбционные процессы увеличиваются
- 6) адсорбционные процессы не изменятся
- 7) селективность уменьшится
- 8) селективность увеличится
- 9) селективность не изменится

16. Метод, в котором концентрация вещества рассчитывается как относительная площадь пика –

- 1) метод абсолютной калибровки
- 2) метод внутренней нормализации

- 3) метод внутреннего стандарта
- 4) метод стандартной добавки

17. Метод, позволяющий учесть влияние матрицы на разделение –

- 1) метод абсолютной калибровки
- 2) метод внутренней нормализации
- 3) метод внутреннего стандарта
- 4) метод стандартной добавки

18. Метод, основанный на использовании зависимости между количеством компонента в пробе и параметрами пика –

- 1) метод абсолютной калибровки
- 2) метод внутренней нормализации
- 3) метод внутреннего стандарта
- 4) метод стандартной добавки

19. Метод, в котором к навеске анализируемого вещества добавляется известное количество постороннего соединения, дающего на хроматограмме хорошо разрешенный пик:

- 1) метод абсолютной калибровки
- 2) метод внутренней нормализации
- 3) метод внутреннего стандарта
- 4) метод стандартной добавки

20. Наименьшее содержание контрольного вещества, определяемое газохроматографическим детектором с заданной доверительной вероятностью:

- 1) селективность детектора
- 2) эффективность детектора
- 3) предел обнаружения
- 4) чувствительность детектора

Раздел 4. Стажировка

Примеры ситуационных задач:

Подобрать подходящий метод и режим для конкретной задачи. Указать тип детектора, колонки, температурный режим, время анализа.

1. Определение хлорорганических соединений
2. Определение фосфорорганических соединений
3. Определение фенола
4. Определение этанола
5. Определение бензола

Итоговый тест

1. Как изменятся параметры хроматографического пика, если увеличить температуру колонки газового хроматографа (при прочих постоянных условиях)?

- 1) время удержания уменьшится, площадь пика не изменится
- 2) время удержания не изменится, площадь пика уменьшится
- 3) время удержания увеличится, высота пика уменьшится
- 4) время удержания увеличится, высота пика не изменится
- 5) никак не изменятся

2. Как изменятся параметры хроматографического пика, если уменьшить количество анализируемого вещества, вводимое в хроматограф (при прочих постоянных условиях)?

- 1) время удержания уменьшится, площадь пика не изменится
- 2) время удержания не изменится, площадь пика уменьшится
- 3) время удержания увеличится, высота пика уменьшится
- 4) время удержания увеличится, высота пика не изменится
- 5) никак не изменятся

3. Как изменятся параметры хроматографического пика, если уменьшить скорость газа-носителя через колонку (при прочих постоянных условиях)?

- 1) время удержания уменьшится, площадь пика не изменится
- 2) время удержания не изменится, площадь пика уменьшится
- 3) время удержания увеличится, высота пика уменьшится
- 4) время удержания увеличится, высота пика не изменится
- 5) никак не изменятся

4. Необходимо проанализировать методом газовой хроматографии смесь веществ, существенно различающихся по времени удержания. Что можно сделать, чтобы ускорить выход компонентов с большим временем удержания?

- 1) постепенно увеличивать температуру хроматографирования
- 2) постепенно уменьшать температуру хроматографирования
- 3) уменьшить расход газа-носителя
- 4) ввести пробу большего объема
- 5) ввести пробу меньшего объема

5. Какова цель калибровки детектора хроматографа стандартами вещества известных концентраций?

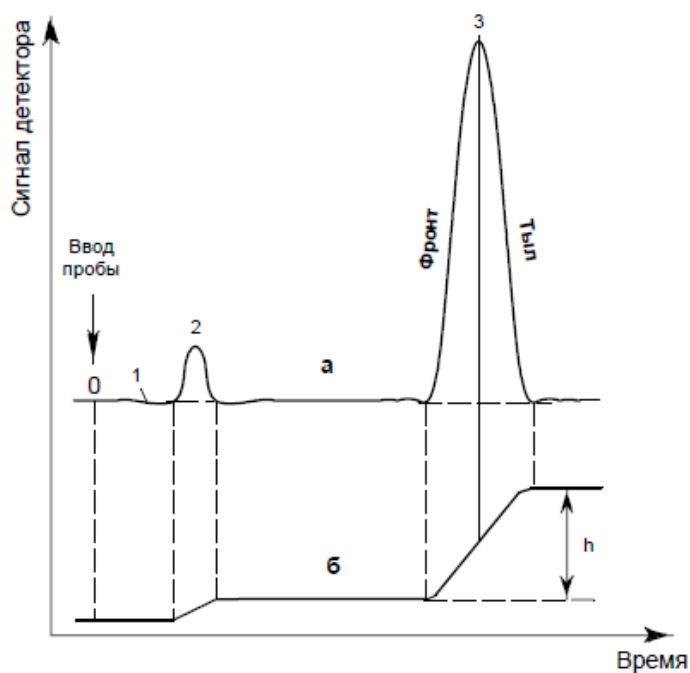
- 1) построение калибровочного графика для целей количественного анализа
- 2) определение времен удерживания для целей качественного анализа
- 3) оценка возможности проведения качественного анализа
- 4) очистка колонки от присутствия посторонних компонентов
- 5) калибровка не нужна. Можно воспользоваться справочными данными.

6. Соотнесите элементы хроматограммы с их обозначением на рисунке:

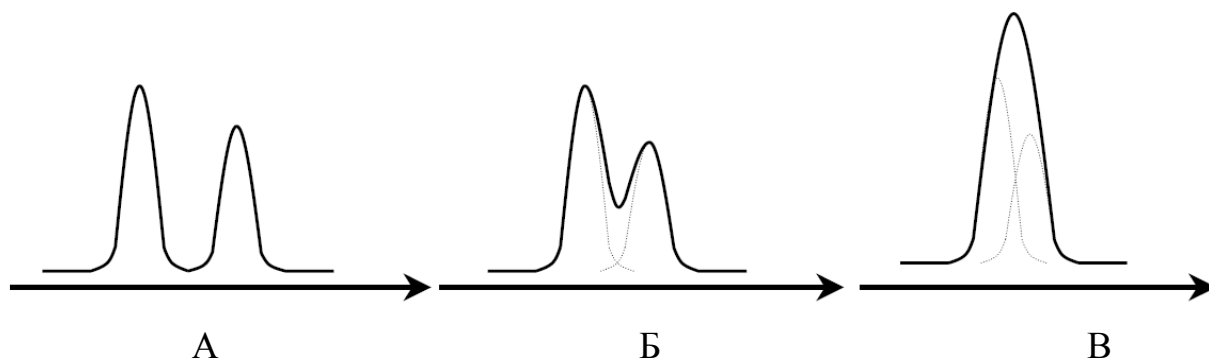
А) пик определяемого компонента

Б) нулевая линия

В) пик несорбируемого вещества



7. Установите соответствие



- 1) разделение отсутствует
- 2) полно разделение
- 3) частичное разделение

8. Графическое изображение зависимости величины, пропорциональной мгновенному количеству определяемого вещества от времени в потоке подвижной фазы на выходе колонки или в другой точке, где производится измерение –

- 1) хроматограмма
- 2) хроматографический пик
- 3) нулевая линия
- 4) градуировочный график

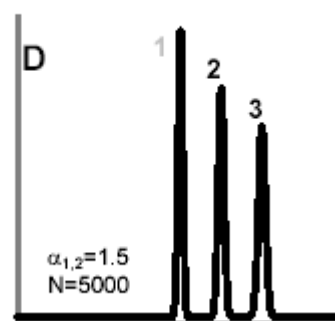
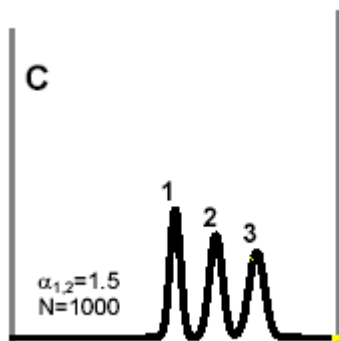
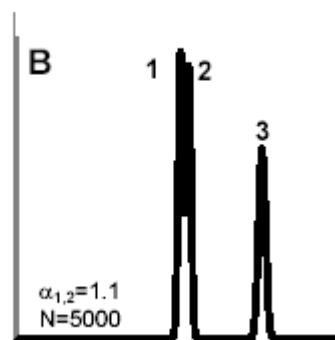
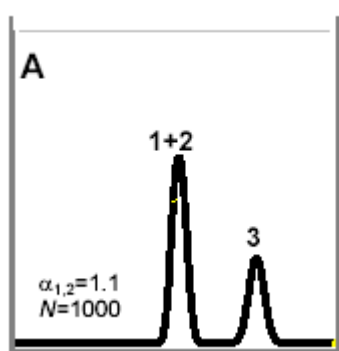
9. Представление сигнала газохроматографического детектора как функции времени.

- 1) хроматограмма
- 2) хроматографический пик
- 3) нулевая линия
- 4) градуировочный график

Ответ: 1

10. Сопоставьте хроматограммы и параметры:

- 1) высокая селективность, низкая эффективность
- 2) высокая селективность, высокая эффективность
- 3) низкая эффективность, низкая селективность
- 4) низкая селективность, высокая эффективность



11. Для устранения ассиметрии пика, вызванной перегрузкой колонки следует в первую очередь:

- 1) увеличить температуру колонки
- 2) увеличить температуру испарителя
- 3) увеличить скорость потока газа-носителя
- 4) уменьшить объем вводимой пробы

VI. ОРГАНИЗАЦИОННО-ПЕДАГОГИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ РЕАЛИЗАЦИИ ПРОГРАММЫ

Организационные условия реализации программы:

Материально-технические средства

| № | Наименование помещений для проведения учебных занятий, перечень основного оборудования | Адрес |
|---|---|--|
| 1 | Учебная комната лекционная - ноутбук HP 255 G7 (инв.№ 243202620117273), -доска | г. Астрахань, Началовское шоссе, 9, НИЦ, 1 этаж |
| 2 | Лаборатория - комплекс аппаратно-программный для медицинских исследований на базе хроматографа (инв.№ 243302651537091) - лабораторные весы EX-423 (инв.№ 243302829316997) дозатор 1-канальный 20-200 мкл (инв. № 241433112402929) - дозатор "Экохим"-ОП-1-100-1000 мкл (инв.№ 241433112403500), | г. Астрахань, Началовское шоссе, 9, НИЦ, 1 этаж |

Квалификация ППС

| № | Ф.И.О. уч. степень, звание (при наличии) | Должность | Стаж работы (лет) |
|---|---|--------------------------|-------------------|
| 1 | Ясенявская А.Л., к.м.н., доцент | Руководитель НИЦ | 17 лет |
| 2 | Астафьева О.В., к.б.н. | Научный сотрудник НИЦ | 11 лет |
| 3 | Жаркова З.В. | Научный сотрудник НИЦ | 8 лет |

VII. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Основная литература:

1. Бёккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза / Бёккер Ю. – М. Техносфера, 2009. – 472 с. (ЭБС "Консультант студента")
2. Другов Ю.С., Контроль безопасности и качества продуктов питания и товаров детского ассортимента / Другов Ю.С. – М. : БИНОМ, 2012. – 440 с. (ЭБС "Консультант студента")
3. Дутов А.А. Биомедицинская хроматография / А.А. Дутов – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2016. – 312 с. (ЭБС "Консультант студента")
4. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды / Лебедев А.Т. – М.: Техносфера, 2013. – 632 с. (ЭБС "Консультант студента")
5. Пашкова Е.В. Хроматографические методы анализа: Учебное пособие / Е.В. Пашкова, Е.В. Волосова, А.Н. Шипуля, Ю.А. Безгина, Н.Н. Глазунова – Ставрополь: АГРУС Ставропольского гос. аграрного ун-та, 2017. – 59 с. (ЭБС "Консультант студента")
6. Серов Ю.М. Хроматографические методы анализа: учеб. пособие / Ю.М. Серов, В.Ю. Конюхов, А.Ю. Крюков, З.В. Псху, К.Н. Жаворонкова. – М. : Издательство РУДН, 2011. – 218 с. (ЭБС "Консультант студента")
7. Сливкин А.И. Фармацевтическая химия. Сборник задач / А.И. Сливкин [и др.]; под ред. Г.В. Раменской – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2017. – 400 с. (ЭБС "Консультант студента")
8. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: в 2 кн.: учебник для вузов. Кн. 2: Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа / Ю. Я. Харитонов. – 4-е изд. стер. – М.: Высшая школа, 2008. – 558 с.

Дополнительная литература:

1. ГОСТ 17567-81 Хроматография газовая. Термины и определения М.: Издательство стандартов, 1981.
2. Айвазов Б.В. Практическое руководство по хроматографии / Б.В. Айвазов. – М.: Изд-во «Высшая школа», 1968. – 279 с.
3. Бражников В.В. Детекторы для хроматографии / В.В. Бражников. – М.: Машиностроение, 1992. – 320 с.
4. Гольберт К. А. Введение в газовую хроматографию / К.А. Гольберт, М.С. Вигдергауз —3-е изд., перераб. и доп. —М.: Химия, 1990. —352 с:

5. Логутов В.И. Детекторы для газовых хроматографов. Часть 1. Выбор детектора, подготовка к работе и оценка состояния хроматографа по основным характеристикам детектора Учебно-методическое пособие / В.И. Логутов – Нижний Новгород: Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского (ННГУ), 2017. — 52 с.
6. Столяров Б.В. Практическая газовая и жидкостная хроматография: Учебное пособие / Б.В. Столяров, И.М. Савинов, А.Г. Витенберг и др. – СПб.: Изд-ва С.-Петербурга. университета, 2002. – 616 с.
7. Чемоданов А.Е. Групповой состав нефти и методы его изучения: Учебно-методическое пособие / А.Е. Чемоданов, А.В. Вахин, С.А. Ситнов, Д.А. Феоктистов – Казань: Казанский федеральный университет, 2018. – 21 с.
8. Яшин Я.И. Физико-химические основы хроматографического разделения. / Я.И. Яшин. – М.: Химия. 1976. – 216 с.
9. Яшин Я.И. Газовая хроматография / Я.И. Яшин, Е.Я. Яшин, А.Я. Яшин. – М.: Транслит, 2009. – 528 с

Интернет-ресурсы:

1. БД «КиберЛенинка» <https://cyberleninka.ru/>
2. База данных NCBI <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/>
3. Научный журнал «Сорбционные и хроматографические процессы» <http://www.sorpchrom.vsu.ru/>
4. Научный журнал «Масс-спектрометрия»
5. Российский химико-аналитический портал <http://www.anchem.ru/>
6. Хроматэк <https://chromatec.ru/>
7. ЭБС «Консультант студента» <http://www.studentlibrary.ru/>
8. ЭБС «eLibrary» <https://www.elibrary.ru/defaultx.asp>
9. Chemical analysis <http://www.chemicalanalysis.com/>
10. Springer Nature <https://www.springer.com/gp>