

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

О.А. Башкина / О.А. Башкина/

«21» октября 2020 г.

**ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ ПРОГРАММА
ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ**

**«Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография.
Специалисты с опытом работы»
(срок освоения 36 академических часов)**

Астрахань 2020

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ ПРОГРАММА
ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ
«Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография.
Специалисты с опытом работы»

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 способов 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, плазмидов, 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 рекомендована для обучения специалистов, работающих с использованием газовой хроматографии.

Цель дополнительной профессиональной программы повышения квалификации по специальности «Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография. Специалисты с опытом работы» (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 дополнительных знаний, умений и навыков в области газовой хроматографии.

Пожелания к уровню знаний слушателей:

- знать основы газовой хроматографии;
- иметь опыт работы на хроматографе (от 6 месяцев).

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

Трудоемкость освоения – 36 академических часов (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. Специалисты с опытом работы» 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) физико-химические основы газовой хроматографии;
- 2) этапы хроматографического процесса на примере газовой хроматографии;
- 3) влияние факторов на хроматографическое разделение;
- 4) знать основные виды проблем в газовой хроматографии и пути их решения.

В результате освоения программы слушатель должен уметь:

- 1) планировать и проводить качественные и количественные хроматографические анализы для конкретных целей;
- 2) интерпретировать результаты хроматографического анализа;
- 3) выявлять основные типы неисправностей и устранять их;
- 4) проводить текущее и периодическое техническое обслуживание прибора.

В результате освоения программы слушатель должен владеть:

- 1) метрологическими основами газохроматографического анализа;
- 2) методологией выбора хроматографического анализа, навыками их реализации;
- 3) навыками проведения внутреннего лабораторного контроля;
- 4) навыками подбора режимов анализа для конкретных целей.

III. ТРЕБОВАНИЯ К ИТОГОВОМУ ЗАЧЕТУ

1. Итоговая аттестация по дополнительной профессиональной программе повышения квалификации «Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография. Специалисты с опытом работы» продолжительностью 36 академических часов 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 36 академических часов.

3. Лица, освоившие дополнительную профессиональную программу повышения квалификации продолжительностью 36 академических часов и успешно прошедшие итоговую аттестацию, получают документ установленного образца – Удостоверение о повышении квалификации.

IV. РАБОЧИЕ ПРОГРАММЫ УЧЕБНЫХ МОДУЛЕЙ

РАЗДЕЛ 1

Введение. Аппаратное обеспечение газохроматографического анализа

Код	Наименования тем, элементов и подэлементов
1.1	Введение.
1.2.	Физико-химические основы газовой хроматографии
1.3.	Принципиальная схема газового хроматографа
1.4.	Характеристика основных узлов газового хроматографа
1.5.	Требования к размещению газохроматографического комплекса

РАЗДЕЛ 2

Методические и метрологические аспекты газовой хроматографии

Код	Наименования тем, элементов и подэлементов
2.1.	Элюционные характеристики
2.2	Влияние различных факторов на хроматографическое разделение
2.3	Качественный и количественный газохроматографический анализ
2.4.	Принципы проведения внутреннего лабораторного контроля и валидационных процедур.

РАЗДЕЛ 3

Стажировка. Практические аспекты газовой хроматографии

Код	Наименования тем, элементов и подэлементов
3.1.	Общее устройство газового хроматографа. Основные операции
3.2.	Работа с программным обеспечением. Запись хроматограммы. Обработка.
3.3.	Основные проблемы в газовой хроматографии и пути их решения
3.4.	Техническое обслуживание. Выявление неисправностей.

РАЗДЕЛ 4

Стажировка. Особенности проведения конкретных хроматографических анализов согласно методикам

Код	Наименования тем, элементов и подэлементов
4.1	Метод абсолютной градуировки
4.2	Метод внутреннего стандарта
4.3	Метод внутренней нормализации
4.4	Метод стандартной добавки
4.5.	Особенности пробоподготовки в газохроматографическом анализе
4.6.	Газохроматографические анализы для конкретных целей

V. УЧЕБНЫЙ ПЛАН

Цель освоения дисциплины «Хроматографические методы анализа. Газовая хроматография. Специалисты с опытом работы» является получение базовых теоретических и практических навыков по газовой хроматографии.

Категория слушателей: специалисты, работающие с использованием газовой хроматографии

Трудоемкость освоения: 36 часов.

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. Аппаратное оформление газохроматографического анализа	6	6		Текущий контроль (тесты)
1.1.	Введение		1		
1.2.	Физико-химические основы газовой хроматографии		1		
1.3.	Принципиальная схема газового хроматографа		1		
1.4.	Характеристика основных узлов газового хроматографа		2		
1.5.	Размещение газохроматографического комплекса		1		
2.	Методические и метрологические аспекты газовой хроматографии	4	4		Текущий контроль (тесты)
2.1	Элюционные характеристики		1		
2.2	Влияние различных факторов на хроматографическое разделение		1		
2.3	Качественный и количественный газохроматографический анализ		1		
2.4	Принципы проведения внутреннего лабораторного контроля и валидационных процедур		1		
3.	Стажировка. Практические аспекты газовой хроматографии	13		13	Текущий контроль (ситуационный задачи)
3.1	Общее устройство газового хроматографа. Основные операции			1	
3.2.	Работа с программным обеспечением. Запись хроматограммы. Обработка			2	
3.3.	Основные проблемы в газовой хроматографии и пути их решения			5	
3.4.	Техническое обслуживание. Выявление неисправностей.			5	
4.	Стажировка. Особенности проведения конкретных хроматографических анализов согласно методикам	13		13	Текущий контроль (ситуационный)

4.1	Метод абсолютной градуировки			1	задачи)
4.2	Метод внутреннего стандарта			1	
4.3	Метод внутренней нормализации			1	
4.4.	Метод стандартной добавки			2	
4.5.	Особенности пробоподготовки в газохроматографическом анализе			4	
4.6.	Газохроматографические анализы для конкретных целей			4	
Итоговая аттестация					Заключительный контроль (тесты)
Всего		36	10	26	

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. Физико-химические основы газовой хроматографии	Особенности хроматографических методов. Классификация хроматографических методов. Основные термины и определения в газовой хроматографии. Принципы разделения веществ в газовой хроматографии. Этапы хроматографического анализа.
1.3.	Тема 3. Принципиальная схема газового хроматографа	Расположение основных узлов газового хроматографа. Газовая схема.
1.4.	Тема 4. Характеристика основных узлов газового хроматографа	Принципы выбора газа-носителя. Основные требования к газам-носителям. Очистка газа-носителя. Основные характеристики газов-носителей, используемых в газовой хроматографии. Аналитические колонки. Капиллярные колонки. Насадочные колонки. Препаративные колонки. Требования к материалу колонок. Примеры типичных решаемых задач для колонок различных типов. Выбор неподвижной жидкой фазы или сорбента. Выбор длины колонки и ее диаметра. Требования к вводу пробы. Ввод пробы в колонку: со сбросом, split/splitless, прямой ввод в колонку. Использование различных инжекторов для решения аналитических задач разделения. Характерные значения параметров потоков, температур и давления для инжекторов и колонок. Требования к детекторам. Основные характеристики детекторов, их виды. Основные детекторы, применяемые в газовой хроматографии. Чувствительность детектора. Предел обнаружения. Линейность детектора. Селективность детектора. Сравнение детекторов. Выбор детектора для конкретных задач
1.5.	Тема 5. Размещение газохроматографичес	Требования к помещению и рабочему месту. Требования к электропитанию. Требования к газобаллонному

	кого комплекса	оборудованию
Раздел 2. Методические и метрологические аспекты газовой хроматографии		
2.1	Тема 6. Элюционные характеристики	Первичные параметры удерживания. Исправленные и приведенные параметры удерживания. Абсолютные параметры удерживания. Относительные параметры удерживания. Индекс удерживания Ковача.
2.2	Тема 7 Влияние различных факторов на хроматографическое разделение	Теория тарелок. Эффективность. Число теоретических тарелок. Селективность. Влияние степени летучести вещества 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.
2.3	Тема 8. Качественный и количественный газохроматографический анализ	Основные задачи качественного анализа. Идентификация веществ по величине относительных параметров удерживания веществ. Идентификация по эталонным веществам. 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
2.4.	Тема 9. Принципы проведения внутреннего лабораторного контроля валидационных процедур	Внутренний лабораторный контроль (ВЛК). Требования к проведению ВЛК. Виды контроля. Оперативный контроль процедур анализа. Методы проведения контроля погрешности (точности). Методы проведения контроля повторяемости (сходимости). Методы проведения контроля прецизионности (воспроизводимости). Контроль стабильности. Валидационные процедура. Верификация. Проведения. Расчеты. Формирование отчета.
Раздел 3. Стажировка. Практические аспекты газовой хроматографии		
3.1	Тема 10. Общее устройство газового хроматографа. Основные операции	Основные узлы газового хроматографа на примере газового хроматографа Кристалл 5000.2. Проверка правильности подключения узлов. Устройство работы основных узлов хроматографа.
3.2.	Тема 11. Работа с программным обеспечением. Запись хроматограммы. Обработка	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.
3.3.	Тема 12. Основные проблемы в газовой хроматографии и пути их решения	Рассматриваются основные проблемы при проведении газохроматографических анализов и пути их решения. Отсутствие пиков на хроматограмме. Плохой шум, высокий фон. Уменьшение высот пиков. Появление всплесков, отрицательных пиков, отрицательных всплесков. Ложные пики. Сдвиг базовой. «Хвостящие» пики. «Фронтирующие» пики. Увеличение ширины пиков. Смещение пиков. И другие

		проблемы.
3.4	Тема 13. 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. Расходные материалы для хроматографии. Рекомендации по замене и регенерации расходных материалов и изнашиваемых частей. Рекомендации по эксплуатации
Раздел 4. Стажировка. Особенности проведения конкретных хроматографических анализов согласно методикам		
4.1	Тема 14. Метод абсолютной градуировки	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.
4.2	Тема 15. Метод внутреннего стандарта	Принципы проведения метода. Требования к внутреннему стандарту. Достоинства и недостатки метода. Разбор методов с применением внутреннего стандарта.
4.3	Тема 16. Метод внутренней нормализации	Простая нормализация. Проведение метода внутренней нормализации на примере определения жирнокислотного состава. Подбор режима. Регистрация хроматограммы. Обработка результатов.
4.4.	Тема 17. Метод стандартной добавки	Принципы проведения метода. Рассматриваются ситуации, в которых необходимо применять данный метод. Достоинства и недостатки метода.
4.5.	Тема 18. Особенности пробоподготовки в газохроматографическом анализе	Рассматриваются различные виды пробоподготовки в газохроматографических анализах для конкретных целей. Требования к пробоподготовке. Основные операции. Техника безопасности.
4.6.	Тема 19. Газохроматографические анализы для конкретных целей	Рассматриваются конкретные методы, режимы для определенных медик. Например, определение жирных кислот (в масле, в биологических жидкостях и т.д.), определение токсичных веществ в продуктах питания, в объектах окружающей среды. Подбор метода в зависимости от задач, подбор режимов хроматографирования, обработка полученных результатов.

Примеры заданий для контроля

Раздел 1. Введение. Аппаратное обеспечение газохроматографического анализа

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. Методом газовой хроматографии можно разделять вещества:

- 1). газообразные
- 2). летучие
- 3). водные растворы
- 4). термостабильные
- 5). термолабильные

3. 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

4. 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

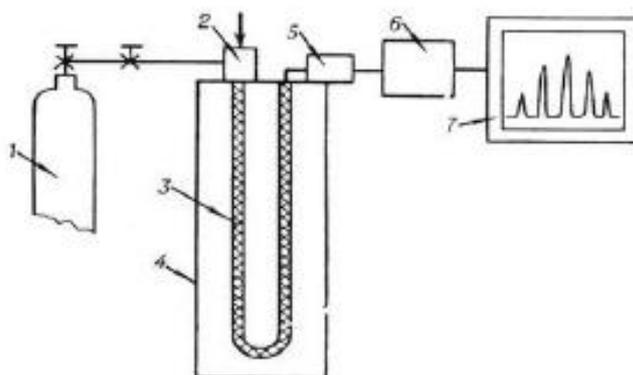
5. Сопоставьте виды газовой хроматографии и их характеристики:

- | | |
|------------------------------------|--|
| 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

6. 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

7. Основными узлами газового хроматографа являются

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

8. В газовой хроматографии применяются следующие типы колонок:

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

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

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

10. 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

11. 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

12. 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

13. 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 |

- б) Система инструментальной обработки данных
- Е) служит для установки и поддержания рабочих температур в узлах хроматографа

Заполните таблицу:

А	Б	В	Г	Д	Е

14. 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

15. Степень взаимодействия анализируемого вещества с детектором и определение величины сигнала, соответствующего содержанию вещества в газо-носителе –

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

16. 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

17. 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

18 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

19. 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

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

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

Раздел 2. Методические и метрологические аспекты газовой хроматографии

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

б) 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
- б) 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

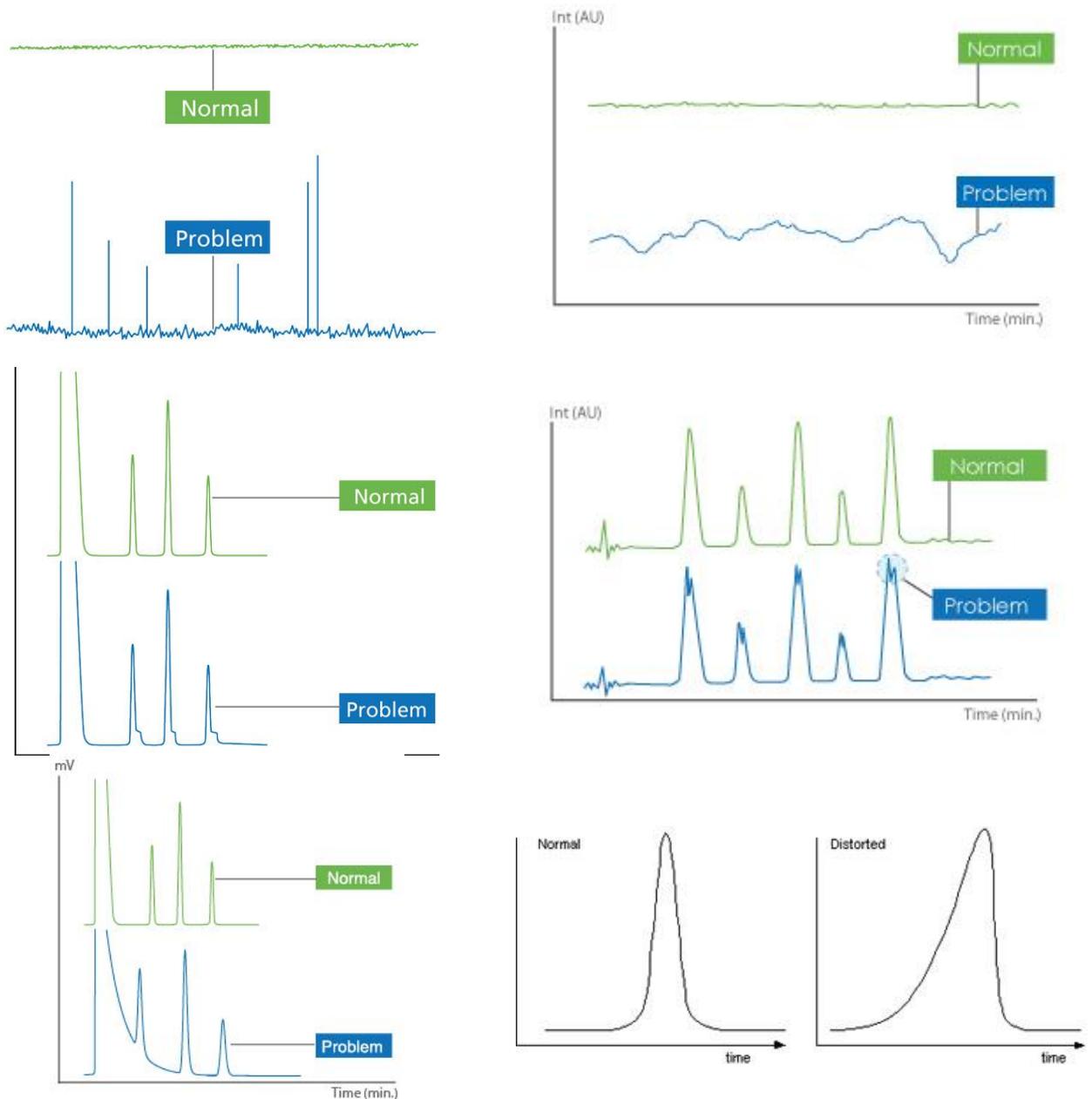
20. Наименьшее содержание контрольного вещества, определяемое газохроматографическим детектором с заданной доверительной вероятностью:

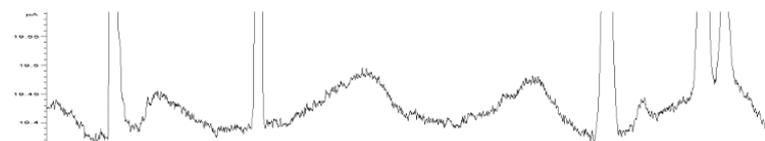
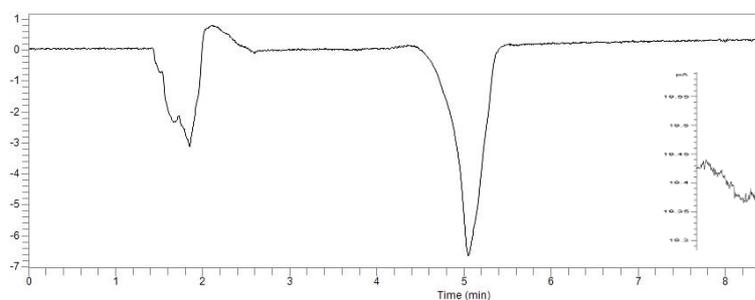
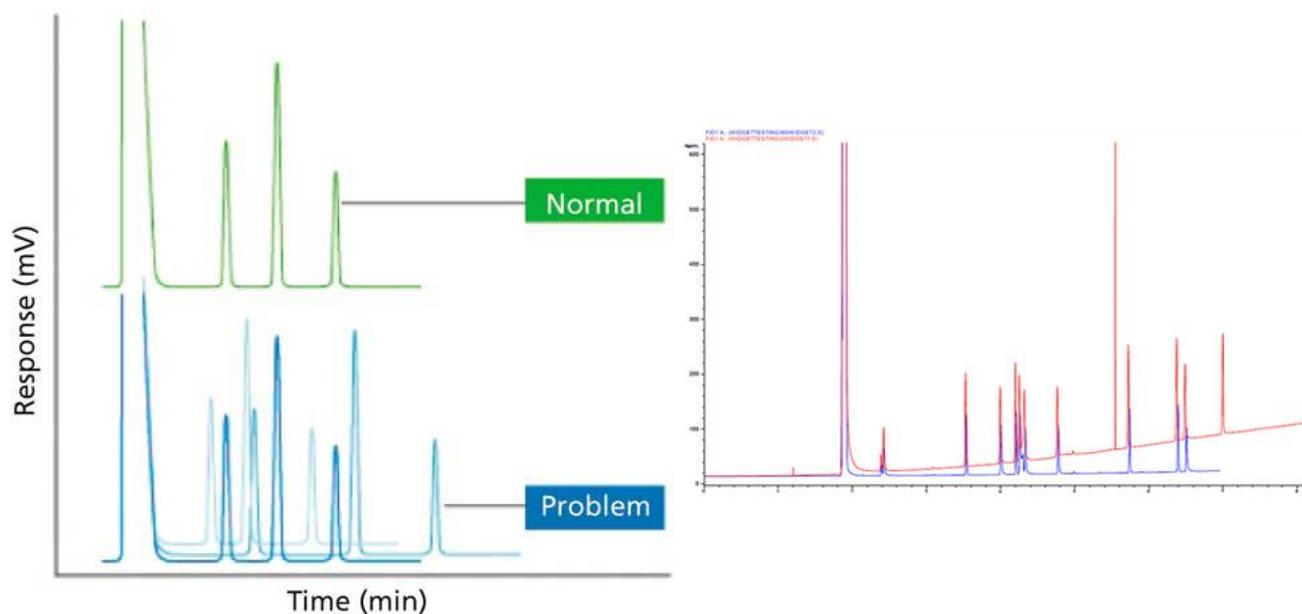
- 1) селективность детектора
- 2) эффективность детектора
- 3) предел обнаружения
- 4) чувствительность детектора

Раздел 3. Стажировка. Практические аспекты газовой хроматографии

Примеры ситуационных задач:

Рассмотрите представленные проблемы в хроматографии. Опишите их. Укажите возможные причины их возникновения и возможные пути их устранения.





Раздел 4. Стажировка. Особенности проведения конкретных хроматографических анализов согласно методикам

Примеры ситуационных задач:

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

1. Определение хлорорганических соединений в почве
2. Определение хлорорганических соединений в воде
3. Определение хлорорганических соединений в пищевой продукции (на Ваш выбор)
4. Определение фосфорорганических соединений в почве
5. Определение фосфорорганических соединений в пищевой продукции (на Ваш выбор)
6. Определение жирнокислотного состава масла растительного
7. Определение жирнокислотного состава масла сливочного
8. Определение жирнокислотного состава молока
9. Определение фенола в воде
10. Определение фенола в почве

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?

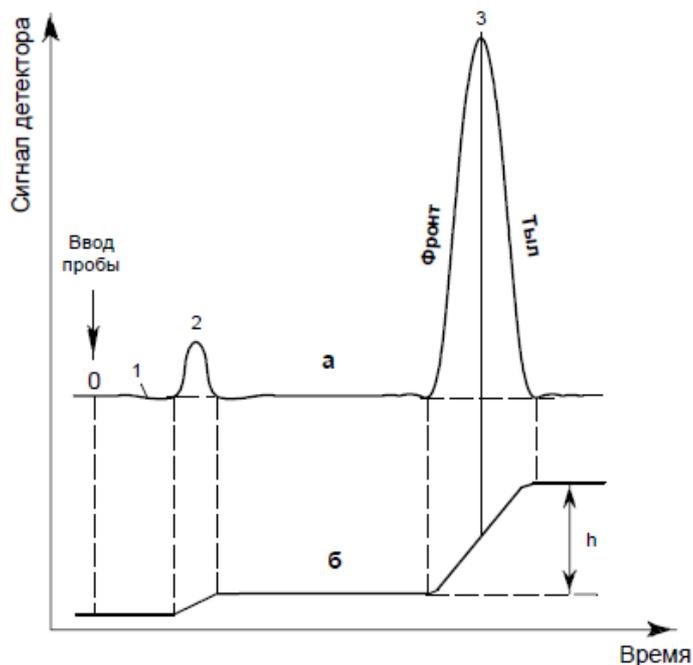
- 1) постепенно увеличивать температуру хроматографирования
- 2) постепенно уменьшать температуру хроматографирования
- 3) уменьшить расход газа-носителя
- 4) ввести пробу большего объема
- 5) ввести пробу меньшего объема

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

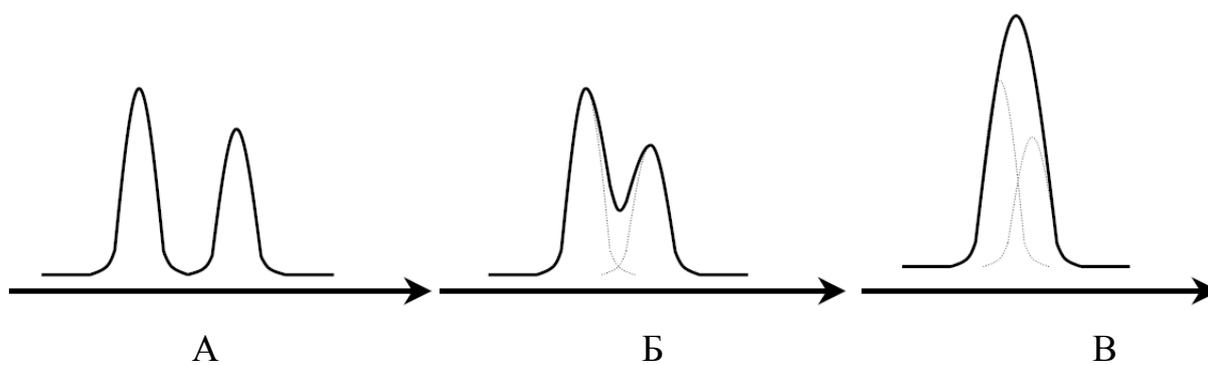
- 1) построение калибровочного графика для целей количественного анализа
- 2) определение времен удерживания для целей качественного анализа
- 3) оценка возможности проведения качественного анализа
- 4) очистка колонки от присутствия посторонних компонентов
- 5) калибровка не нужна. Можно воспользоваться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

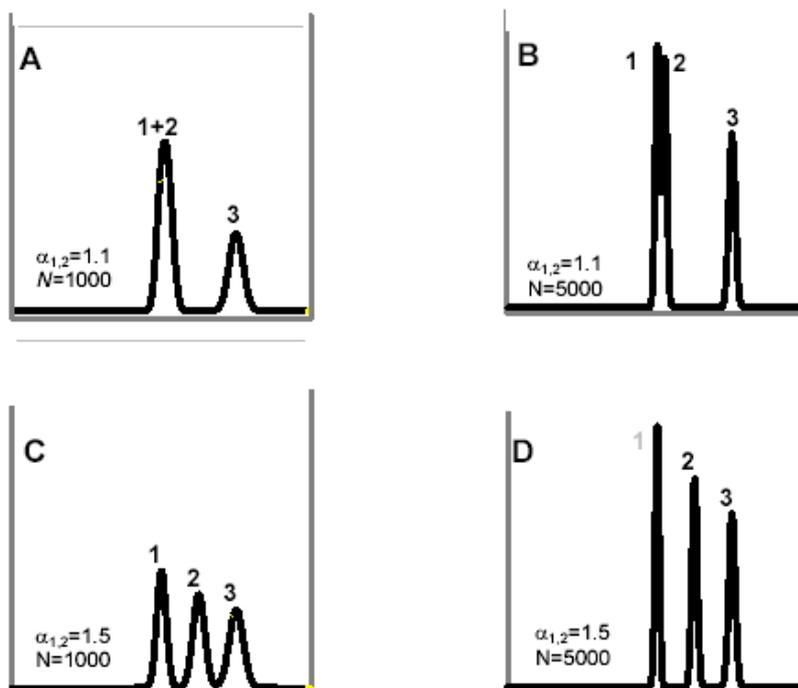
- 1) хроматограмма
- 2) хроматографический пик
- 3) нулевая линия
- 4) градуировочный график

9. Представление сигнала газохроматографического детектора как функции времени.

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

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

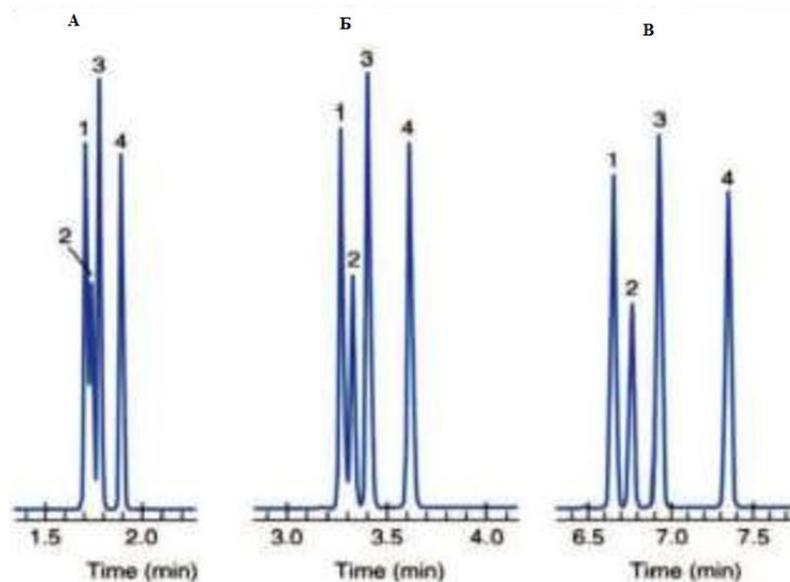


11. Для устранения асимметрии пика, вызванного перегрузкой колонки следует в первую очередь:

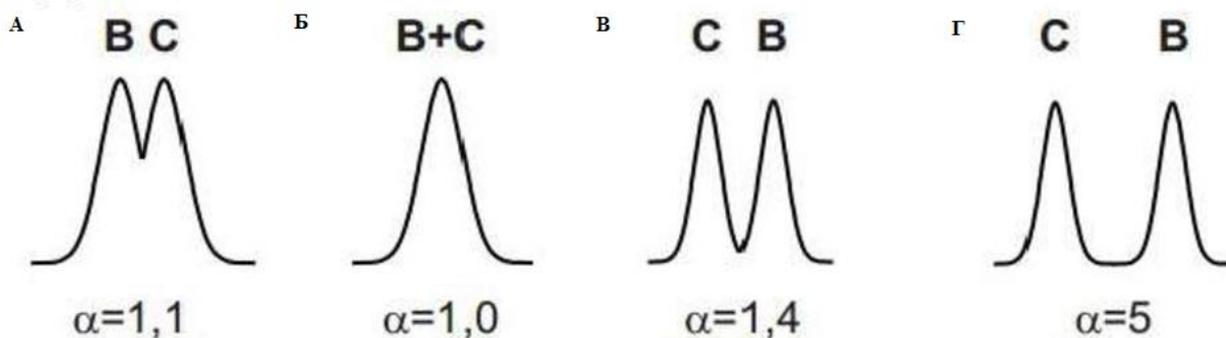
- 1) увеличить температуру колонки
- 2) увеличить температуру испарителя
- 3) увеличить скорость потока газа-носителя
- 4) уменьшить объем вводимой пробы

12. Сопоставьте влияние длины хроматографической колонки на время выхода и степень разделения веществ:

- 1) 60 метров
- 2) 15 метров
- 3) 30 метров

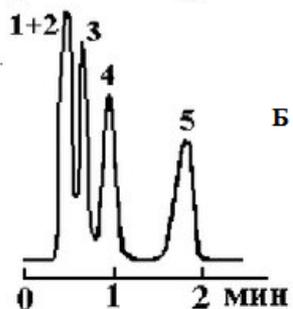
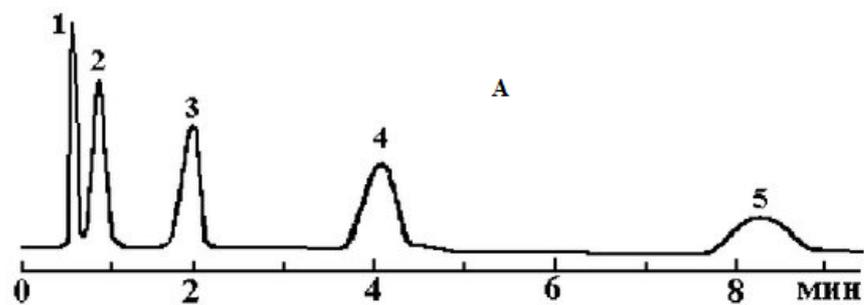


13. Сопоставьте разделение бензола (В) и циклогексана (С) на фазах с разной полярностью

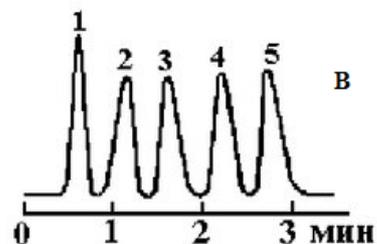


- 1) ПЭГ
- 2) 5% Ph+7% CN-Pr+86% M
- 3) 5% Ph+95% M
- 4) 100% метильных групп

14. Сопоставьте температурные режимы и результаты хроматографирования

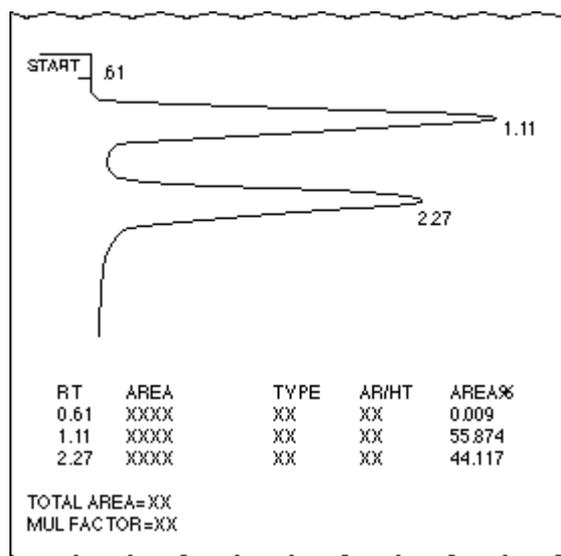


- 1 - бутанол -1;
- 2 - пентанол - 1;
- 3 - гексанол -1;
- 4 - гептанол -1;
- 5 - октанол-1



- 1) 110°C(1мин), 170°C(30°C/мин)
- 2) 120°C
- 3) 160°C

15. Изучите хроматограмму полученную методом ГХ, на которой представлены соединения А и В. Соединение А имеет меньшее время удерживания



Ответьте на вопросы:

1. Каково время удерживания соединения А и соединения Б?
2. Какое соединение присутствует в большем количестве?

3. Какое соединение имеет более низкую температуру кипения?
4. Что произойдет со временем удерживания соединений А и Б, если температура колонки будет повышена?
5. Предположим, что соединение Б является октаном. Что Вы можете сделать, чтобы предоставить подтверждающие доказательства этой гипотезы?

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>