

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ»**

Методические указания к лабораторным занятиям по дисциплине
Практическая хроматография

Направление подготовки 04.03.01 Химия
Направленность (профиль)
Неорганическая и аналитическая химия

Ставрополь, 2026

ВВЕДЕНИЕ

Хроматография (от греч. *chroma*, *chromatos* – цвет, краска) — физико-химический метод разделения смесей на компоненты в результате распределения компонентов между двумя фазами – неподвижной, с большой поверхностью контакта (сорбент), и подвижной представляет собой поток, фильтрующийся через неподвижный слой.

По мнению экспертов, хроматография относится к 20 выдающимся открытиям прошлого столетия. Хроматографический метод анализа был впервые применён русским ученым-ботаником Михаилом Семёновичем Цветом использовал колонку, заполненную карбонатом кальция, для разделения пигментов растительного происхождения. Несмотря на то, что М.С. Цвет был ботаником, его вклад в развитие хроматографии был столь значительным, что Федерация европейских химических обществ приводит фамилию Цвета наряду с такими известными фамилиями как Ломоносов, Менделеев, Бутлеров, Семенов в числе ста выдающихся учёных прошлого. В 1907 г. Цвет демонстрирует образец хроматографа – прибора для осуществления хроматографического метода анализа. В 1917 г. Михаил Семенович даже был номинирован на Нобелевскую премию, но рецензенты не смогли по достоинству оценить значение его работ.

Теоретические основы хроматографического анализа

Хроматографические методы анализа относятся к методам разделения сложных смесей веществ на отдельные компоненты.

Хроматография – метод разделения смесей веществ, основанный на различии в скоростях их перемещения в системе несмешивающихся и движущихся относительно друг друга фаз – подвижной и неподвижной.

Неподвижная (стационарная) фаза (НФ) – твердое пористое вещество (сорбент) или пленка жидкости, нанесенная на твердое вещество.

Подвижная фаза (ПФ) – жидкость или газ, протекающий через неподвижную фазу, иногда под давлением.

Проба – аликвота анализируемой смеси, вводимая в хроматограф.

Сорбаты – компоненты анализируемой смеси, вместе с подвижной фазой передвигаются вдоль стационарной фазы.

Элюент – растворитель или смесь растворителей, предназначенная для прокачки анализируемой смеси через хроматографическую колонку.

Элюат – раствор, выходящий из хроматографической колонки.

Хроматографическая система состоит из хроматографической колонки, заполненной определенным сорбентом, через которую прокачивается элюент определенного состава.

Хроматограмма – кривая, описывающая зависимость концентрации анализируемых веществ в элюате от времени. С точки зрения аппаратного оформления – зависимость отклика детектора хроматографа от времени при прохождении элюата через ячейку детектора (рисунок 1). Хроматограмма состоит из ряда пиков, каждый из которых при полном разделении соответствует одному компоненту анализируемой пробы. В зависимости от силы взаимодействия с поверхностью компоненты перемещаются вдоль колонки с разной скоростью. Время пребывания несорбируемого вещества определяет «мертвое время» колонки. Площадь или высота пика пропорциональна концентрации компонента в элюате [5 – 7].

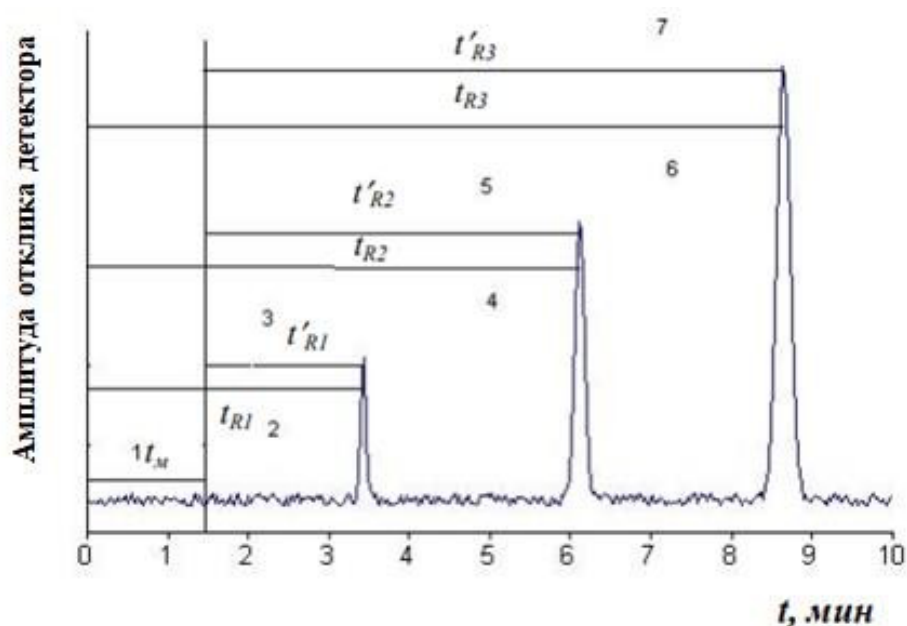


Рисунок 1 – Хроматограмма:

t – время в минутах, t_M – время удерживания несорбируемого вещества;
 2, 4, 6 – t_{Ri} – времена удерживания хроматографических пиков; 3, 5, 7 – t'_{Ri} –
 приведенные времена удерживания

Время удерживания вещества t_R – время пребывания аналита в хроматографической системе. На практике время удерживания определяют от момента ввода пробы вещества в хроматограф до момента регистрации максимальной амплитуды хроматографического пика компонента.

Поскольку в одних и тех же условиях хроматографирования (объемная скорость подачи элюента, использование одной и той же колонки, минимальное колебание

температуры окружающей среды) каждый компонент имеет свое время удерживания. Этот параметр является *идентификационным* для *качественного анализа*.

Величина t_m является характеристикой конкретной хроматографической системы при постоянном расходе элюента. Определение времени удерживания несорбируемого вещества t_m является важной задачей, так как влияет на точность определения величины t_R' , которая, в свою очередь, является исходной для расчета ряда хроматографических характеристик. Зачастую на практике не удается подобрать полностью несорбируемый компонент, поэтому в качестве t_m используют время удерживания наименее сорбируемого компонента.

Приведенное время удерживания t_R' определяется по формуле:

$$t_R' = t_R - t_m$$

Эффективность хроматографической колонки определяет степень размывания пика компонента, а также количество компонентов, которые можно разделить в данных условиях. Чем больше эффективность колонки, тем уже пик и большее число компонентов можно разделить за более короткое время. Согласно концепции теоретических тарелок хроматографическую колонку представляют как ряд дискретных, соприкасающихся горизонтальных слоев, на которых мгновенно устанавливается равновесие между неподвижной и подвижной фазами, и акт сорбции-десорбции вещества повторяется многократно на каждом слое. Высота слоя – высота, эквивалентная теоретической тарелке, обозначается через H . Количественно эффективность колонки может быть выражена числом теоретических тарелок N . Между параметрами существует соотношение: $H = L/N$, где L – длина колонки. Чем меньше H , тем большее число раз устанавливается равновесие между фазами при данной длине колонки, тем эффективнее разделение компонентов анализируемой смеси [6, 7].

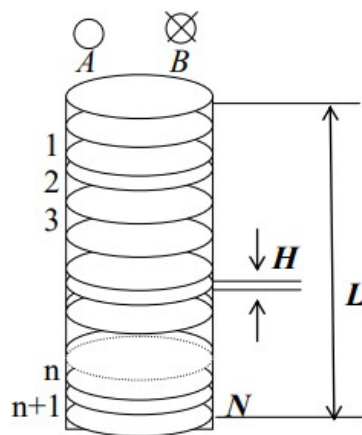


Рисунок 2 – Модель хроматографической колонки при разделении компонентов А и В (1,2,...n – номер тарелки).

Понятие эффективности в модели теоретических тарелок связано с распределением молекул адсорбата по временам удерживания, в то время как в модели Деемтера рассматривается механизм реализации этого распределения. Данная модель позволяет определить условия для проявления максимальной эффективности колонки (рисунок 3).

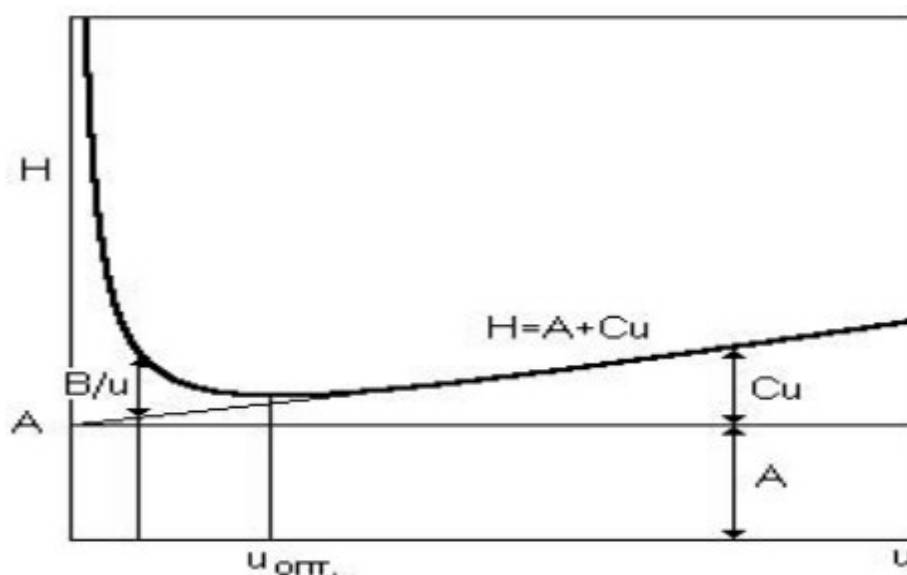


Рисунок 3 – Зависимость H хроматографической колонки от расхода элюента: слагаемое A отражает долю размывания полосы, которая не зависит от скорости потока (вихревая диффузия); слагаемое B описывает размывание полосы, вызываемое молекулярной (продольной) диффузией адсорбата в подвижной фазе; слагаемое C характеризует сопротивления массопереносу.

2.1 Применение ГХ-МС для определения ПАУ и ПХБ в природных водах

Относительная доступность и простота эксплуатации сделали ГХ-МС наиболее популярным и широко используемым методом, т.к. в хроматомасс-спектрометрии измеряют отношение массы к заряду самих частиц, что повышает селективность и точность анализа. ГХ-МС позволяет работать с неполярными и слабополярными соединениями, обладающими при этом достаточной летучестью.

В настоящее время в *газовой хроматографии* для разделения широкого спектра веществ **применяют капиллярные колонки** (рисунок 4), главным образом, благодаря высокой разрешающей способности, реже – насадочные. Для анализа объектов окружающей среды длина капиллярных колонок обычно составляет 15–60 м [8]. Стационарная фаза представляет собой однородную пленку, прикрепленную к внутренней стенке колонки.

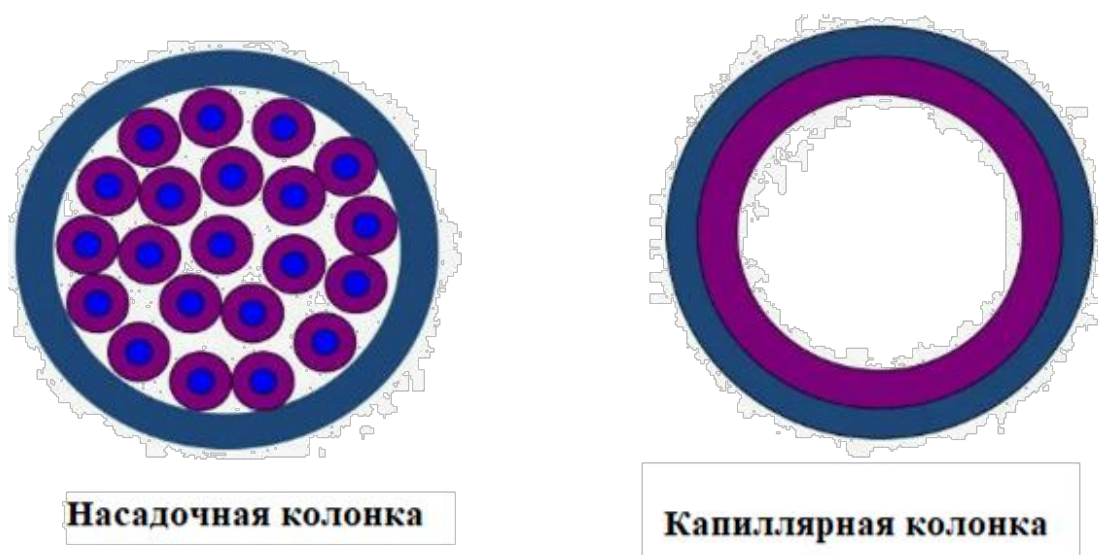


Рисунок 4 – Насадочная и капиллярная колонки в разрезе

Важным аспектом для разделения веществ при проведении анализа является выбор подходящей стационарной фазы. Метил- и фенилзамещенные полисилоксаны являются наиболее широко используемыми неподвижными фазами для разделения ПАУ и ПХБ при исследовании образцов окружающей среды. Полисилоксаны дают относительно низкий фон при высокотемпературных условиях даже с неселективными детекторами, такими как пламенно-ионизационный детектор. Кроме того, метилполисилоксановые фазы, содержащие 0–65% фенилзамещенных групп, являются коммерчески доступными. Использование для определения суперэкоотоксикантов хроматомасс-спектрометрическим методом

фенилметилполисилоксановой (5%) колонки (30м × 0,32мм, толщина пленки 1,0 мкм) является общей рекомендацией и реализовано в большинстве стандартных методик. Также доступны запатентованные фазы с уникальной селективностью для выбранных соединений (DB-XLB). Колонки, содержащие жидкокристаллические стационарные фазы, хорошо подходят для разделения изомеров органических соединений. Следует отметить, что для разделения многокомпонентной смеси при анализе широкого списка ПАУ и ПХБ при одновременном присутствии критичным параметром может стать длина колонки. В таких случаях рекомендуется использование более длинной колонки (50–60 м), в сочетании с медленным программированным нагревом термостата.

Если поток элюата из колонки хроматографа идет непрерывно, масс-спектрометр работает в дискретном режиме, поскольку должен просканировать весь намеченный диапазон масс и вернуться к начальной массе для проведения нового сканирования. Запись спектра (сканирование) должна осуществляться с достаточной частотой, чтобы зарегистрировать масс-спектр каждого соединения несколько раз. Обычно стремятся к тому, чтобы каждый хроматографический пик характеризовался 10 – 15 масс-спектрами. Спектр должен быть зарегистрирован на вершине хроматографического пика, где максимальна концентрация вещества и минимальны ее изменения во времени. Если запись происходит на восходящей или нисходящей стороне хроматографического пика, то полученные спектры будут значительно искажены в результате дискриминации низких или высоких масс, что затруднит и дальнейший библиотечный поиск для идентификации этого компонента [9].

Современные приборы позволяют сканировать спектр за 0,01–0,5 сек, что удовлетворительно сочетается с шириной хроматографического пика. На рисунке 5 представлен пример хроматографического пика додекана при скорости сканирования в 10 спектров в секунду и 250 (сверхбыстрая хроматография). Пик, полученный при помощи сверхбыстрой ГХ-МС, является хорошо прорисованным и достаточно информативным. Несмотря на то, что скорость сканирования в 10 спектров в секунду считается достаточно высокой для ГХ-МС – результат сложно отнести к удовлетворительному. Количественное определение в таком варианте становится абсолютно невозможным, идентификация соединения оказывается весьма проблематичной, поскольку интенсивности пиков в зависимости от величин m/z

фрагментных ионов будут сильно искажены.

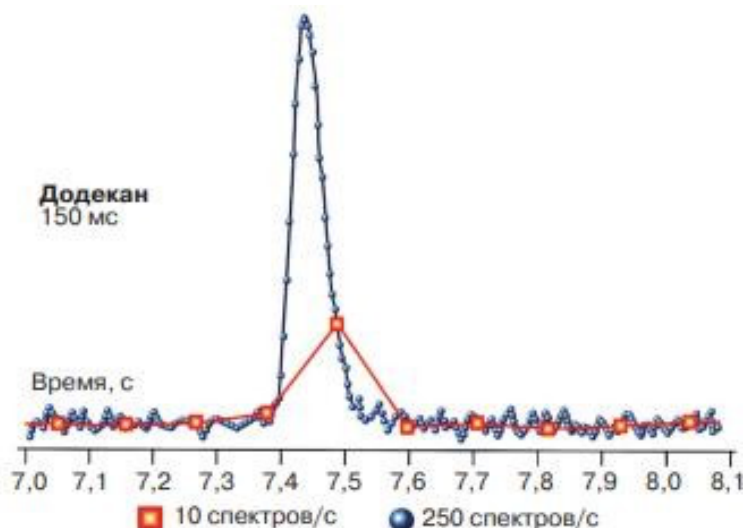


Рисунок 5 – Хроматографические пики додекана, полученные методом сверхбыстрой хроматографии при скорости сбора данных 250 спектров в секунду и 10 спектров в секунду

Сочетание масс-спектрометрии с хроматографией вводит дополнительный параметр идентификации вещества – время удерживания. Именно благодаря этому появляется возможность во многих случаях проводить качественный и количественный анализ изомеров, масс-спектры которых очень похожи. Например, спектры изомерных флуорантена и пирена практически неразличимы, однако времена удерживания этих соединений отличаются почти на 1 минуту, что позволяет легко их идентифицировать.

Детектирование исследуемых аналитов после разделения методом газовой хроматографии обычно проводят при помощи масс-спектрометра с ионизацией электронным ударом (ЭИ). Молекулы анализируемого газа бомбардируются электронами (обычно 70 эВ), что приводит к образованию молекулярного иона, который впоследствии может распадаться на ионизированные фрагменты. Этот метод обычно позволяет определять как относительную молекулярную массу, так и структуру молекулы, обеспечивается более высокая воспроизводимость результатов измерений по сравнению с другими видами ионизации, и для идентификации неизвестных соединений можно использовать библиотеки масс-спектров. Большинство ПАУ, в отличие от многих других органических веществ, при электронной ионизации дают интенсивные молекулярные ионы с небольшой

фрагментацией. Это связано с высокой стабильностью конденсированных ароматических молекул и значительно упрощает идентификацию.

Однако в случаях малых содержаний аналитов в образцах окружающей среды чувствительности ЭИ может быть недостаточно. Для решения этой задачи можно применять более мягкий метод – химическую ионизацию (положительную или отрицательную). В этом случае между собой реагируют ионы газа-реагента и молекулы образца, в результате могут быть получены молекулярные ионы, аддукты и фрагментные ионы. Степень фрагментации намного меньше, чем при ЭИ, и ее можно контролировать, изменяя характер газа-реагента. Реагенты в химической ионизации варьируются в зависимости от цели, но чаще всего используются метан, изобутан и аммиак. При использовании метана обычно получают масс-спектры, аналогичные ЭИ. Основной реакцией является передача протонов, происходящая в молекулах образца с более высокой протонной плотностью, чем в молекулах газа-реагента.

В случае отрицательной химической ионизации, кроме переноса частиц, происходит захват образующихся тепловых электронов. Это приводит к образованию молекулярных анионов из соединений с положительным зарядом. При данном типе ионизации наблюдается низкий выход отрицательных ионов и снижение чувствительности. Химическая ионизация позволяет, в отличие от ЭИ, разделять изомеры, поскольку они имеют различную реакционную способность по отношению к газу-реагенту и, следовательно, дают различные сигналы в спектре, к тому же она обеспечивает лучшую чувствительность и селективность. Недостатком химической ионизации является возможное завышение результатов из-за захвата электронов и необходимость специальных приложений к оборудованию по сравнению с ЭИ.

Использование режима SIM – режим работы масс-спектрометра, при котором анализ проводят по заданным ионам – имеет некоторые преимущества перед режимом полного сканирования: низкие пределы обнаружения и возможность дискретного мониторинга.

Идентификация соединений в настоящее время выполняется путем сравнения определяемого спектра с эталонными, входящими в библиотеки, такие как NIST, Wiley. Как правило, в приборы встроен алгоритм поиска, который сравнивает полученные спектры с интегрированной в аппаратное обеспечение библиотекой. Хотя поиск с использованием библиотек является мощным инструментом

идентификации соединений, необходимо выполнение ряда условий: соединение должно быть включено в библиотеку и газо-хроматографическое разделение должно быть достаточно эффективным, чтобы получить спектр индивидуального соединения.

Для надежной идентификации агентство США по охране окружающей среды предлагает использовать, по меньшей мере, два разных m/z для каждого аналита, а относительное содержание обоих ионов должно поддерживаться в пределах 15–20%. В сложных для детектирования матрицах рекомендуют проводить анализ в режиме SIM по 3 ионам.

2.2 Применение высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения ПАУ в природных водах

В методе высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для определения ПАУ возможна реализация двух подходов – обращенно-фазовая техника и нормально-фазовая. Нормально-фазовая техника ВЭЖХ – это вариант хроматографирования, при котором неподвижной фазой является полярный сорбент, а элюентом является неполярный (или слабополярный) растворитель. Разделение проводят обычно на оксиде алюминия, силикагеле, ацетате целлюлозы, полиамиде, макропористом полистироле, сажах, модифицированном силикагеле. В настоящее время наиболее распространенным полярным адсорбентом является силикагель – гель ортокремниевой кислоты ($mSiO \cdot nH_2O$). В действительности частички силикагеля представляют собой гидроксिलированный гель – неорганический полимер с ОН-группами на поверхности. Кроме силикагелей, к полярным адсорбентам относятся -CN, NH_2 -, диол- и ряд других химически модифицированных силикагелей с различными функциональными полярными группами на поверхности адсорбента. Подвижной фазой обычно являются предельные углеводороды, содержащие различные модификаторы для повышения элюирующей способности.

Большую популярность получила техника обращенно-фазовой ВЭЖХ (ОФ ВЭЖХ) – вариант хроматографии, где используется неполярный адсорбент и полярный элюент. В качестве адсорбентов в ОФ ВЭЖХ применяются силикагели, на поверхности которых привиты нормальные углеводородные цепочки с 8, 16 и 18 углеродными атомами (рисунок 6). Названия адсорбентов C8, C16, C18 соответствуют привитым на силикагеле углеводородным цепочкам. Известно применение новых сорбентов, содержащих аналогичные алифатическим октадецильным щеткам полисилоксановые группы с привитыми ароматическими

фрагментами. В качестве подвижной фазы в ОФ ВЭЖХ применяют в основном водно-метанольные, водно-ацетонитрильные или водно-ацетонитрило-метанольные смеси. Изопропанол, тетрагидрофуран и хлороформ используются значительно реже. Любой органический растворитель, используемый в смеси с водой в элюенте для ОФ ВЭЖХ, называется модификатором [7].



Рисунок 6 – Пример модификации силиконовой поверхности аналитической колонки октадецильными группами

Детектирование ПАУ при определении методом ВЭЖХ проводят при помощи ультрафиолетового или флуориметрического детектора. В случае простых матриц при использовании УФ-детектора все 16 регламентированных ПАУ можно зарегистрировать при длине волны 254 нм. Для экологического или биологического анализа и для любых случаев сложных смесей предпочтительно использовать диодно-матричный детектор. Режим многоволнового сканирования дает УФ-спектр каждого соединения, повышая надежность идентификации и снижая предел обнаружения [10].

Высокой чувствительностью и селективностью к конденсированным молекулам ПАУ обладает флуориметрический детектор, он позволяет детектировать содержание аналитов на уровне пг/л. Понижают предел обнаружения использованием лазерного излучения, узкополосных фильтров и различных монохроматоров. При помощи специальных добавок, таких как флуорофор, можно добиться появления в спектре пиков нефлуоресцирующих ПАУ. Недостатком ФЛД является гашение флуоресценции в присутствии некоторых веществ, например, нитрометана, кислорода.

Методики ЕРА регламентируют использование сочетания ФЛД и УФД. Так,

отдельно детектируют нафталин, аценафтилен, аценафтен и флуорен при помощи УФ детектора, а флуориметрический используют для определения остальных ПАУ. Сочетание ВЭЖХ с масс-спектроскопическим детектированием обещает, несмотря на сравнительно малое пока число работ в этой области, стать новым мощным методом для анализа органических соединений.

Бумажная хроматография

Бумажная хроматография относится к плоскостным видам хроматографии. Техника её выполнения аналогична тонкослойной хроматографии. Для этого на полоске фильтровальной бумаги, волокна которой, вследствие ее большой гигроскопичности, покрыты тонким слоем влаги, поглощенной из воздуха и играющей роль неподвижной фазы, карандашом на расстоянии 2 см от края отмечают линию старта. На линию старта наносят каплю раствора разделяемых веществ в растворителе. После испарения растворителя полоску бумаги помещают в закрытую хроматографическую камеру и закрывают. Погружение проводят так, чтобы линия старта была чуть выше поверхности подвижного растворителя. Под действием капиллярных сил подвижный растворитель движется вверх по бумаге. Компоненты разделяемой смеси движутся, увлекаемые растворителем, в том же направлении, но с различной скоростью — в зависимости от растворимости в подвижном растворителе (т. е. от коэффициента распределения). По этой причине они будут концентрироваться в виде пятен на различном расстоянии от линии старта, т. е. таким образом разделяться. Когда граница подвижной фазы (растворителя) достигнет заранее установленного уровня от линии старта — фронта 20 растворителя, полоску фильтровальной бумаги извлекают из камеры и высушивают. Если разделяемые компоненты интенсивно окрашены, то на полоске бумаги появляются пятна, количество которых соответствует количеству разделяемых компонентов. Если разделяемые компоненты бесцветны или концентрация их мала, то хроматограмма оказывается нерасцвеченной. В этом случае ее проявляют, обрабатывая соответствующим реактивом, с которым разделяемые компоненты образуют окрашенные или флуоресцирующие соединения.

Вопросы

1. Как классифицируют методы хроматографического анализа (по механизму разделения веществ, по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по технике выполнения, по цели хроматографирования)?
2. Опишите основные механизмы разделения в методах хроматографического анализа.
3. Дайте характеристику хроматограмм в плоскостной и колоночной хроматографии.
4. Каковы способы получения хроматограмм?
5. Опишите основные хроматографические параметры в плоскостной и колоночной хроматографии, используемые для количественного и качественного анализа.
6. В чем сущность теории теоретических тарелок?
7. Опишите сущность кинетической теории Ван-Деемтера и Клинкенберга.
8. Как оценить эффективность хроматографического разделения?
9. В чем состоит принцип действия дифференциальных детекторов в хроматографии: катарометра, термоионного, пламенно-ионизационного?
- 81
10. На чем основаны методы газовой хроматографии? Какие вещества могут быть определены методами газовой хроматографии?
11. Опишите схему газового хроматографа, охарактеризуйте основные узлы: систему ввода пробы, колонки, детекторы.
12. Какие неподвижные фазы применяют в газожидкостной хроматографии? Какие требования к ним предъявляют?
13. Какие носители неподвижных фаз применяют в газовой хроматографии? Какие требования к ним предъявляют?
14. Какие подвижные фазы применяют в газовой хроматографии? Какие требования к ним предъявляют?
15. Какие неподвижные фазы применяют в газоадсорбционной хроматографии? Какие требования к ним предъявляют?
16. Как температура влияет на процесс хроматографирования в газовой

хроматографии?

17. Как проводят качественный и количественный анализ веществ в колоночной хроматографии?
18. Охарактеризуйте методы высокоэффективной жидкостной хроматографии.
19. Какие подвижные и неподвижные фазы применяют в нормально-фазовой и обращено-фазовой хроматографии распределительной ВЭЖХ?
20. Какие неподвижные фазы применяют в адсорбционной ВЭЖХ?
21. Какие неподвижные фазы применяют в ионообменной хроматографии?
22. Опишите схему жидкостного хроматографа: систему ввода пробы, колонки, детекторы.
23. Качественный и количественный анализ веществ в колоночной хроматографии.
24. ТСХ. Основы метода, методика эксперимента.

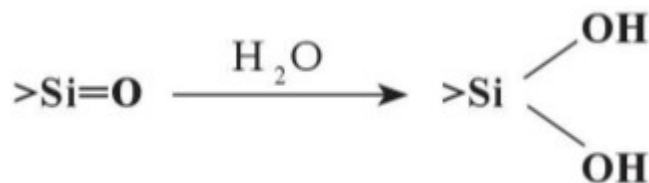
Капиллярный электрофорез

Близкий к хроматографическим, хотя и не совсем хроматографический метод капиллярного электрофореза (КЭ) сформировался в конце 1970-х-начале 1980-х гг. К началу 1990-х гг. метод стал очень популярным, на него возлагали большие надежды, оправдавшиеся не полностью. Уже к концу прошлого столетия бум стал ослабевать, хотя метод широко используется в различных направлениях химического анализа. В настоящее время многие фирмы, в том числе и в Санкт-Петербурге, разрабатывают и выпускают приборы для капиллярного электрофореза. Движение заряженных коллоидных частиц под действием внешнего электрического поля носит название электрофорез. Электрофорез как метод разделения предложен в 30-х гг XX в. Тизелиусом. Он поместил смесь белков сыворотки крови в буферный раствор и при наложении электрического поля обнаружил, что компоненты пробы мигрируют в направлении и со скоростью, определяемыми их размером, формой и электрическим зарядом.

В 1948 г. работа была удостоена Нобелевской премии по химии. В основе капиллярного электрофореза лежат электрокинетические явления — электромиграция ионов и других заряженных частиц и электроосмос. Эти явления возникают в растворах при помещении их в электрическое поле высокого

напряжения. Микрообъем анализируемого раствора (~2 нл) вводят в кварцевый капилляр, предварительно заполненный подходящим буфером - электролитом. После подачи высокого напряжения (до 30 кВ) к концам капилляра компоненты смеси начинают двигаться с разной скоростью, зависящей, в первую очередь, от заряда и массы (точнее, величины ионного радиуса), и, соответственно, в разное время достигают зоны детектирования. Полученная последовательность пиков называется электрофореграммой (рис. 21). Качественной характеристикой вещества б1 является время миграции, а количественной — высота или площадь пика, пропорциональная концентрации вещества. Перед проведением анализа необходимо проводить калибровку прибора.

Для того чтобы получить более подробное представление о методе, необходимо рассмотреть ряд процессов, происходящих в капилляре, заполненном электролитом и помещенном в продольное электрическое поле. Находящиеся на поверхности плавленого кварца силоксановые группы при контакте с водой или водными растворами гидролизуются с образованием удвоенного количества силанольных групп, которые затем гидратируются:



Диссоциация силанольных групп вызывает на границе раздела кварц– водный раствор электролита образование двойного электрического слоя (ДЭС). Первую его обкладку составляют неподвижные отрицательно заряженные силанольные группы. Вторую обкладку двойного слоя составляют положительно заряженные катионы, существующие в растворе. Диэлектриком, разделяющим обкладки этого конденсатора, являются молекулы воды, гидратирующие как силанольные группы, так и катионы.

Вопросы:

- 1 Теоретические основы капиллярного электрофореза.
- 2 Особенности метода капиллярного электрофореза.

- 3 Варианты капиллярного электрофореза.
- 4 Особенности аппаратного оформления и условия разделения в капиллярном электрофорезе.
- 5 Состав буферного раствора и его роль в методе капиллярного электрофореза.
- 6 Система детектирования.
- 7 Капилляры для метода капиллярного электрофореза.
- 8 Система охлаждения капилляра.
- 9 Система ввода проб в капилляр.
- 10 Особенности анализа катионов.
- 11 Особенности анализа анионов.
- 12 Капиллярный электрофорез в фармакологических исследованиях
- 13 Применение капиллярного электрофореза в фармакологических исследованиях. Оптимальные условия определения.
- 14 Проведение качественного анализа. Выбор метода осуществления количественного анализа.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Методические указания предназначены для организации и проведения лабораторных занятий по дисциплине «Практическая хроматография» у студентов 4-го курса (7 семестр).

Цель лабораторных занятий:

Закрепление теоретических знаний и формирование у студентов практических навыков работы с хроматографическим оборудованием, выбора условий разделения, проведения качественного и количественного анализа, а также технического обслуживания хроматографов.

Задачи лабораторных занятий:

- Изучить устройство и принципы работы газовых хроматографов ;
- Освоить методики приготовления хроматографических колонок и неподвижных фаз ;
- Научиться проводить качественную и количественную обработку хроматограмм ;
- Сформировать навыки работы с программным обеспечением хроматографов и расчета хроматографических параметров ;
- Подготовить студентов к самостоятельной работе на современном аналитическом оборудовании.

В результате освоения дисциплины студент должен овладеть компетенциями **УК-1, ПК-1, ПК-2, ПК-3, ПК-4, ПК-6** в части, предусмотренной рабочей программой.

2. ОРГАНИЗАЦИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ

Лабораторные занятия проводятся в учебной лаборатории, оснащенной хроматографическим оборудованием (газовые хроматографы, капиллярные и насадочные колонки, детекторы), компьютерной техникой с установленным программным обеспечением для обработки хроматограмм, а также химической посудой, реактивами и расходными материалами.

Правила техники безопасности:

1. Перед началом работы ознакомиться с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

2. Работать с газами-носителями (водород, азот, гелий) только при включенной вытяжной вентиляции.
3. Не прикасаться к нагретым частям хроматографа (термостат колонок, инжектор, детектор).
4. Использовать индивидуальные средства защиты (халат, очки, перчатки).
5. При работе с легколетучими и токсичными веществами использовать вытяжной шкаф.

Порядок подготовки к занятию:

1. Изучить соответствующий раздел лекционного материала и настоящие методические указания.
2. Ознакомиться с инструкцией по эксплуатации хроматографа и программным обеспечением.
3. Подготовить протокол лабораторной работы (заранее заполнить титульный лист, цель работы, краткие теоретические сведения).
4. Иметь при себе калькулятор, тетрадь для лабораторных работ, ручку и простой карандаш.

Структура лабораторного занятия:

1. Проверка готовности студентов к занятию и допуск к работе (собеседование по теории и технике безопасности).
2. Ознакомление с оборудованием и условиями эксперимента.
3. Выполнение лабораторной работы (проведение анализа, регистрация хроматограмм).
4. Обработка полученных результатов (расчет хроматографических параметров).
5. Оформление протокола лабораторной работы и защита работы.

3. ПЕРЕЧЕНЬ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

В соответствии с рабочей программой дисциплины, лабораторные работы по курсу «Практическая хроматография» включают следующие темы :

№	Название лабораторной работы	Компетенции	Часы
1	Знакомство с хроматографом. Устройство, принцип работы, подготовка к работе	УК-1, ПК-3, ПК-6	6 (4)*

№	Название лабораторной работы	Компетенции	Часы
2	Приготовление насадочной колонки для газовой хроматографии	ПК-1, ПК-3, ПК-4	6
3	Расчет хроматографических параметров. Оценка эффективности колонки	УК-1, ПК-1, ПК-2	6
4	Качественный газохроматографический анализ. Определение времени удерживания. Система индексов Ковача	УК-1, ПК-1, ПК-2	6
5	Количественный газохроматографический анализ. Метод абсолютной калибровки	ПК-1, ПК-2, ПК-4	6
6	Количественный анализ методом внутреннего стандарта	ПК-1, ПК-2, ПК-4	6
7	Использование капиллярных колонок в газовой хроматографии	ПК-2, ПК-4, ПК-6	6
8	Хромато-масс-спектрометрический анализ (демонстрация/ознакомление)	ПК-2, ПК-4, ПК-6	6

* В рабочей программе — практическая подготовка 4 часа в рамках общего объема лабораторных работ (36 часов).

4. СОДЕРЖАНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Лабораторная работа № 1

Знакомство с хроматографом. Устройство, принцип работы, подготовка к работе

Компетенции: УК-1, ПК-3, ПК-6

Цель работы: Изучить устройство и принцип действия газового хроматографа, освоить подготовку прибора к работе, ознакомиться с программным обеспечением для регистрации и обработки хроматограмм.

Теоретическое введение:

Газовый хроматограф состоит из следующих основных узлов:

- **Система подачи газа-носителя** — баллоны с газом (азот, гелий, водород), редукторы, осушители, фильтры, регуляторы потока.
- **Инжектор (испаритель)** — устройство для ввода пробы и ее испарения. Может быть с делителем потока (split) и без (splitless).
- **Термостат колонок** — печь, обеспечивающая программируемый нагрев колонки.
- **Хроматографическая колонка** — насадочная (1–3 м) или капиллярная (10–100 м).
- **Детектор** — устройство для регистрации выходящих веществ (пламенно-ионизационный — ПИД, термический — ТД, электронно-захватный — ЭЗД и др.).
- **Система регистрации и обработки данных** — компьютер со специализированным ПО (например, «Хроматэк-Аналитик», Chromeleon, OpenLab).

Порядок выполнения работы:

1. Ознакомиться с внешним устройством хроматографа и его узлами.
2. Изучить схему газовых потоков и подключение колонок.
3. Включить хроматограф согласно инструкции, установить температуру колонки, испарителя и детектора.
4. Установить расход газа-носителя.
5. Подготовить шприц для ввода пробы (промыть, заполнить).
6. Выполнить пробный пуск (холостой ход) для стабилизации прибора.
7. Зарегистрировать «нулевую линию» (базовый сигнал детектора).
8. Ознакомиться с интерфейсом программы обработки хроматограмм.

Результаты оформления:

- Схема газового хроматографа с указанием основных узлов.
- Параметры работы прибора (температуры, расходы газа-носителя).
- Скриншот базовой линии и меню программы.

Контрольные вопросы:

- Назовите основные компоненты газового хроматографа.
- Для чего служит инжектор и какие типы инжекторов вы знаете?

- Какие детекторы используются в газовой хроматографии и для каких целей?
-

Лабораторная работа № 2

Приготовление насадочной колонки для газовой хроматографии

Компетенции: ПК-1, ПК-3, ПК-4

Цель работы: Освоить методику приготовления насадочной хроматографической колонки: выбор носителя, нанесение неподвижной жидкой фазы (НЖФ), заполнение колонки и ее кондиционирование.

Теоретическое введение:

Насадочные колонки представляют собой трубки (стеклянные или металлические) диаметром 2–4 мм и длиной 1–3 м, заполненные сорбентом (носителем с нанесенной НЖФ).

- **Носители** — твердые пористые материалы (диатомитовые — Хроматон N-AW, Целит, Сфорохром). Требования: механическая прочность, термостабильность, химическая инертность.
- **Неподвижная жидкая фаза (НЖФ)** — высококипящие жидкости (полиэтиленгликоли, силиконы, скваланы, апнезоны). Требования: малая летучесть, хорошая смачиваемость носителя, селективность по отношению к анализируемым веществам.
- **Способы нанесения НЖФ:** испарительный, из раствора с последующим удалением растворителя.
- **Заполнение колонки** — через воронку с вакуумом или под давлением.
- **Кондиционирование колонки** — выдерживание при рабочей температуре в токе газа-носителя для удаления летучих примесей и стабилизации фазы.

Порядок выполнения работы:

1. Подготовить носитель (измельчение, просев, сушка).
2. Нанести НЖФ на носитель методом из раствора (взвесить навеску носителя, растворить НЖФ в летучем растворителе, смешать, удалить растворитель на роторном испарителе).
3. Заполнить колонку приготовленным сорбентом методом вакуумного всасывания или с помощью вибрации.
4. Установить колонку в термостат хроматографа.
5. Выполнить кондиционирование колонки при температуре на 20–30°C выше рабочей в токе газа-носителя (в течение 12–24 часов).

6. Проверить качество колонки (отсутствие выбросов на хроматограмме, стабильность базовой линии).

Результаты оформления:

- Характеристика носителя и НЖФ (марка, производитель, свойства).
- Схема заполнения колонки.
- Условия кондиционирования (температура, время, расход газа).
- Результаты тестирования колонки (хроматограмма).

Контрольные вопросы:

- Какие требования предъявляются к носителям в ГЖХ?
- Как подобрать неподвижную жидкую фазу для разделения конкретной смеси?
- Для чего необходимо кондиционировать колонку?

Лабораторная работа № 3

Расчет хроматографических параметров. Оценка эффективности колонки

Компетенции: УК-1, ПК-1, ПК-2

Цель работы: Научиться рассчитывать основные хроматографические параметры: время удерживания, исправленное время удерживания, фактор емкости, селективность, разрешение, число теоретических тарелок, высоту, эквивалентную теоретической тарелке (ВЭТТ).

Теоретическое введение:

Ключевые хроматографические параметры:

- **Время удерживания (t_R)** — время от момента ввода пробы до выхода пика.
- **Мертвое время (t_M)** — время удерживания несорбируемого соединения.
- **Исправленное время удерживания (t'_R)** = $t_R - t_M$.
- **Фактор емкости (k)** = t'_R / t_M .
- **Селективность (α)** = k_2 / k_1 (для двух соседних пиков).
- **Разрешение (R_s)** = $2(t_{R2} - t_{R1}) / (w_1 + w_2)$, где w — ширина основания пика.
- **Число теоретических тарелок (N)** = $16 (t_R / w)^2$.
- **ВЭТТ (H)** = L / N , где L — длина колонки.
- **Эффективность колонки** оценивается по числу теоретических тарелок на метр: $N_{эфф} = N / L$.

Порядок выполнения работы:

1. Получить хроматограмму смеси тестовых веществ (например, н-алканы или ароматические углеводороды).
2. Определить на хроматограмме: t_R для каждого пика, t_M (по несорбируемому компоненту — метану или воздуху).
3. Рассчитать параметры для каждого компонента: k , N , H .
4. Оценить селективность для соседних пиков.
5. Сделать вывод об эффективности используемой колонки.

Результаты оформления:

- Таблица с экспериментальными и расчетными данными.
- Хроматограмма с обозначением пиков.
- Вывод о качестве колонки.

Контрольные вопросы:

- Что такое фактор емкости и как он характеризует сорбцию?
 - Что показывает число теоретических тарелок?
 - Какое разрешение считается достаточным для количественного определения?
-

Лабораторная работа № 4

Качественный газохроматографический анализ. Определение времени удерживания. Система индексов Ковача

Компетенции: УК-1, ПК-1, ПК-2

Цель работы: Освоить методы качественной идентификации веществ в газовой хроматографии, научиться рассчитывать индексы удерживания Ковача.

Теоретическое введение:

Качественный анализ в ГХ основан на сравнении времени удерживания (t_R) или относительных параметров удерживания с эталонными значениями.

Методы идентификации:

1. **Сравнение с эталоном** — ввод известного соединения в тех же условиях.
2. **Метод добавок** — добавление стандарта к пробе с увеличением площади пика.
3. **Относительные параметры удерживания** — отношение t'_R к эталону.

4. Индексы удерживания Ковача (I) — универсальная система, основанная на линейных n-алканах.

Для изотермического режима:

$$I = 100 \cdot [n + (\log t'_R(x) - \log t'_R(n)) / (\log t'_R(n+1) - \log t'_R(n))]$$

где $t'_R(n)$ и $t'_R(n+1)$ — исправленные времена удерживания n-алканов с числом атомов углерода n и n+1, расположенных до и после пика анализируемого вещества.

Порядок выполнения работы:

1. Получить хроматограмму смеси n-алканов (C₆–C₁₀) и анализируемого вещества (например, спирт или кетон) в одинаковых условиях.
2. Измерить t_R для всех пиков.
3. Определить t_M по пику воздуха (метана).
4. Рассчитать t'_R для всех соединений.
5. Определить по хроматограмме n-алканы, между которыми находится пик исследуемого вещества.
6. Рассчитать индекс Ковача для исследуемого вещества.
7. Сравнить полученное значение с литературными данными.

Результаты оформления:

- Хроматограммы n-алканов и исследуемого вещества.
- Таблица t_R и t'_R .
- Расчет индекса Ковача.
- Идентификация неизвестного вещества.

Контрольные вопросы:

- В чем суть метода идентификации по индексам Ковача?
- Какой эталон используется в системе Ковача?
- Какие еще способы идентификации пиков существуют?

Лабораторная работа № 5

Количественный газохроматографический анализ. Метод абсолютной калибровки

Компетенции: ПК-1, ПК-2, ПК-4

Цель работы: Освоить метод абсолютной калибровки для количественного определения концентрации вещества в пробе, построить градуировочный график.

Теоретическое введение:

Метод абсолютной калибровки основан на зависимости площади пика (S) или высоты пика от концентрации (C) анализируемого вещества.

Этапы:

1. Приготовление серии стандартных растворов с известными концентрациями.
2. Хроматографирование стандартов в одинаковых условиях.
3. Построение градуировочного графика $S = f(C)$ (или $S = f(m)$).
4. Хроматографирование анализируемой пробы.
5. Определение концентрации по градуировочному графику.

Уравнение градуировки: $S = a \cdot C + b$ (линейная регрессия).

Коэффициент корреляции (R^2) должен быть не менее 0.995.

Порядок выполнения работы:

1. Приготовить 3–5 стандартных растворов вещества (например, бензол в гексане) с различными концентрациями (0.01–1.0 мг/мл).
2. Ввести в хроматограф аликвоты стандартов (1–2 мкл) в одинаковых условиях (температура, расход газа, режим).
3. Измерить площадь пиков для каждого стандарта.
4. Построить градуировочный график в координатах «площадь пика – концентрация».
5. Ввести пробу неизвестной концентрации, измерить площадь пика.
6. По графику определить концентрацию вещества в пробе.

Результаты оформления:

- Таблица стандартов (концентрация, площадь пика).
- Градуировочный график с уравнением линии и коэффициентом корреляции.
- Результаты анализа неизвестной пробы.

Контрольные вопросы:

- Какие условия необходимо соблюдать при построении градуировочного графика?
- Что делать, если пробоподготовка включает концентрирование?
- Каковы преимущества и недостатки метода абсолютной калибровки?

Лабораторная работа № 6

Количественный анализ методом внутреннего стандарта

Компетенции: ПК-1, ПК-2, ПК-4

Цель работы: Освоить метод внутреннего стандарта для количественного анализа, особенно при неполном извлечении или нестабильности ввода проб.

Теоретическое введение:

Метод внутреннего стандарта (ВС) используется, когда ввод пробы нестабилен или пробоподготовка приводит к потерям. В анализируемую пробу добавляют известное количество стандартного вещества (внутреннего стандарта), не содержащегося в образце, но хорошо отделяющегося от аналитов и близкого им по свойствам.

Отношение площадей: $S_{\text{аналит}} / S_{\text{BC}} = k \cdot (C_{\text{аналит}} / C_{\text{BC}})$.

Порядок выполнения:

1. Приготовить стандартную смесь с известными концентрациями аналита и внутреннего стандарта.
2. Хроматографировать стандарт, определить коэффициент калибровки k .
3. Добавить точное количество внутреннего стандарта к анализируемой пробе.
4. Хроматографировать пробу с ВС.
5. По отношению площадей и известной концентрации ВС рассчитать концентрацию аналита.

Результаты оформления:

- Хроматограммы стандарта и пробы с ВС.
- Расчет коэффициента k .
- Расчет концентрации аналита в пробе.

Контрольные вопросы:

- В каких случаях применяют метод внутреннего стандарта?
- Как выбрать подходящий внутренний стандарт?
- В чем отличие метода внутреннего стандарта от метода абсолютной калибровки?

Лабораторная работа № 7

Использование капиллярных колонок в газовой хроматографии

Компетенции: ПК-2, ПК-4, ПК-6

Цель работы: Изучить особенности работы с капиллярными колонками, освоить технику ввода пробы в капиллярный хроматограф, сравнить эффективность капиллярных и насадочных колонок.

Теоретическое введение:

Капиллярные колонки — открытые трубки с внутренним диаметром 0.1–0.53 мм и длиной 10–100 м (из кварца или нержавеющей стали), на внутреннюю стенку которых нанесена НЖФ (слой 0.1–5 мкм). В отличие от насадочных колонок, капиллярные имеют намного большую эффективность (до 5000–10000 теоретических тарелок на метр) .

Особенности ввода пробы: требуют деления потока (split) — только часть пробы (1:10 до 1:100) попадает в колонку, остальное сбрасывается.

Основные производители капиллярных колонок: Agilent, Restek, Supelco.

Порядок выполнения работы:

1. Установить капиллярную колонку в хроматограф согласно инструкции.
2. Настроить систему ввода (split/splitless) с учетом деления потока.
3. Провести хроматографирование тестовой смеси (например, смесь спиртов или летучих органических соединений).
4. Сравнить разрешение и ширину пиков по сравнению с насадочной колонкой.
5. Оценить эффективность капиллярной колонки (число теоретических тарелок).

Результаты оформления:

- Сравнительная таблица параметров (насадочная vs капиллярная).
- Хроматограммы, полученные на капиллярной колонке.
- Вывод о преимуществах капиллярной хроматографии.

Контрольные вопросы:

- Чем капиллярные колонки отличаются от насадочных?
- Что такое режим split и зачем он нужен?
- Почему капиллярные колонки обладают большей эффективностью?

Лабораторная работа № 8

Хромато-масс-спектрометрический анализ (демонстрация/ознакомление)

Компетенции: ПК-2, ПК-4, ПК-6

Цель работы: Ознакомиться с устройством хромато-масс-спектрометра (ГХ-МС), изучить принципы идентификации веществ по масс-спектрам, освоить интерпретацию масс-спектров.

Теоретическое введение:

Хромато-масс-спектрометрия — гибридный метод, объединяющий разделительную способность ГХ и идентификационную способность масс-спектрометрии. ГХ разделяет смесь на компоненты, масс-спектрометр анализирует ионы, полученные при ионизации молекул, по отношению массы к заряду (m/z).

Устройство масс-спектрометра:

- источник ионов (электронный удар — EI, химическая ионизация — CI);
- масс-анализатор (квадрупольный, времяпролетный, ионная ловушка);
- детектор.

Масс-спектр — график зависимости интенсивности ионов от m/z . Молекулярный ион (M^+) дает значение молекулярной массы.

Библиотеки масс-спектров — базы данных (NIST, Wiley) для идентификации неизвестных веществ.

Порядок выполнения работы (демонстрация):

1. Ознакомиться с устройством ГХ-МС и принципом работы.
2. Наблюдать процесс проведения анализа смеси органических соединений.
3. Получить хроматограмму и масс-спектры отдельных пиков.
4. Идентифицировать компоненты смеси по библиотеке масс-спектров.
5. Оценить достоверность идентификации (фактор совпадения).

Результаты оформления:

- Схема хромато-масс-спектрометра.
- Хроматограмма смеси и масс-спектры для каждого пика.
- Результаты идентификации по библиотеке.

Контрольные вопросы:

- В чем отличие EI от CI ионизации?
- Что такое молекулярный ион?
- Какие преимущества дает сочетание ГХ и МС?

5. КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ

Оценка за лабораторную работу выставляется по результатам выполнения работы, оформления протокола и защиты (ответы на контрольные вопросы).

Оценка	Критерий
«5» (отлично)	Работа выполнена полностью, правильно, в установленный срок. Протокол оформлен аккуратно, расчеты верны. Студент свободно отвечает на все контрольные вопросы, демонстрирует понимание теории.
«4» (хорошо)	Работа выполнена полностью, но допущены незначительные неточности в расчетах или оформлении. Студент отвечает на основные вопросы, но испытывает затруднения при ответе на дополнительные.
«3» (удовлетворительно)	Работа выполнена с ошибками, не в полном объеме, требуется помощь преподавателя. Протокол оформлен не полностью. Студент слабо ориентируется в теоретическом материале.
«2» (неудовлетворительно)	Работа не выполнена или выполнена полностью некорректно. Студент не подготовлен к занятию, не отвечает на вопросы.

6. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

Основная литература:

1. Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа : метод. пособие для спец. курса. — М.: Изд-во МГУ, 2007. — 204 с.

2. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза. — М.: ТЕХНОСИЛА, 2009. — 470 с.
3. Гольберт К. А., Вигдергауз М. С. Введение в газовую хроматографию. — М. : Химия, 1990. — 352 с.

Дополнительная литература:

1. Руководство по газовой хроматографии / Под ред. Э. Лейбцина, Х. Штруппе. В 2-х т. — М. : Мир, 1988. — 510 с.
2. Яшин Я. И., Яшин А. Я. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Состояние и перспективы // Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева). 2003. Т. XLVII. № 1. С. 64-79.

Программное обеспечение:

- Пакет офисных программ Р7-Офис.
- ПО для обработки хроматограмм (в зависимости от марки хроматографа).

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания по организации и проведению самостоятельной
работы студентов
по дисциплине
Практическая хроматография

Направление подготовки 04.03.01 Химия

Неорганическая и аналитическая химия

Ставрополь, 2026

Пояснительная записка

Цель самостоятельной работы студентов:

1. Систематизировать современные процессы интеграции Российского высшего образования в общеевропейскую и мировую образовательную практику; раскрыть сущность проблем организации учебно-воспитательного процесса на современном этапе развития высшего образования.
2. Подобрать такой дидактический материал для самостоятельной работы, который бы позволил применить полученные знания на практике и развивать инициативу, активность и творческие способности.
3. Помочь студентам в формировании у них компетенций, согласно учебного плана.

Основными формами работы и контроля студентов являются:

Индивидуальное решение заданий, позволяющих оценивать и диагностировать уровень обученности, уровень умений и навыков по дисциплине.

Собеседование - форма учебной деятельности, специальная беседа преподавателя со студентом на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, рассчитанная на выяснение объема знаний студента по определенному разделу, теме, проблеме и т. п., позволяющая оценить их умение аргументировать собственную точку зрения, предполагающая всестороннее обсуждение какого-либо вопроса, проблемы или сопоставлении информации, идей, мнений, предложений.

Реферат - раскрытие сущности исследуемой проблемы, включающее обращение к различным точкам зрения на вопрос, а также изложение собственных взглядов на нее.

Требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работе студентов.

Индивидуальное решение заданий, позволяющих оценивать и диагностировать уровень обученности, уровень умений и навыков студентов по дисциплине «Практическая хроматография».

Для подготовки к выполнению задания следует изучить и проанализировать рекомендованную литературу и на их основании подготовиться к изложению темы.

При проверке задания оцениваются

- уверенное владение материалом;
- умение четко и логично излагать свои мысли;
- умение творчески подходить к решению основных проблем темы;
- самостоятельность мышления, умение отстаивать свою позицию в ходе последующих дискуссий,
- самостоятельная и выразительная устная речь, полностью раскрывающая суть проблематики задания.

Собеседование - форма учебной деятельности, специальная беседа преподавателя со студентом на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, рассчитанная на выяснение объема знаний студента по определенному разделу, теме, проблеме и т.п., позволяющая оценить их умение аргументировать собственную точку зрения, предполагающая всестороннее обсуждение какого-либо вопроса, проблемы или сопоставлении информации, идей, мнений, предложений.

Принципиальные отличия заданий базового уровня от повышенного заключаются в большем объеме фактов и событий, в сравнительно-аналитическом характере изложения материала, его теоретической (методологической) составляющей.

Для подготовки к каждой теме следует изучить и законспектировать рекомендованные источники и научную литературу и на их основании

подготовиться к указанным в методических материалах вопросам для обсуждения.

При проверке задания, оцениваются:

- активное участие в работе;
- уверенное владение материалом;
- умение четко и логично излагать свои мысли;
- умение творчески подходить к решению основных вопросов темы;
- самостоятельность мышления,
- полное соответствие конспекта установленным требованиям;
- самостоятельная устная речь, полностью раскрывающая суть

проблематики собеседования.

Реферат - раскрытие сущности исследуемой проблемы, включающее обращение к различным точкам зрения на вопрос, а также изложение собственных взглядов на нее.

Структура и содержание реферата

Структура реферата включает в себя следующие элементы:

1. титульный лист;
2. оглавление;
3. введение;
4. основная часть;
5. заключение;
6. список литературы и источников;
7. приложение.

Титульный лист - это информация о выходных данных вашей работы. Он является первой страницей научной работы и заполняется по строго определенным правилам. Титульный лист не нумеруется.

В *оглавлении* текста последовательно излагаются названия пунктов реферата с указанием страницы, с которой начинается каждый пункт. Заголовки оглавления должны точно повторять заголовки в тексте. Сокращать или давать их в другой формулировке, последовательности и соподчиненности по сравнению с заголовками в тексте нельзя. Заголовки одинаковых ступеней рубрикации необходимо располагать друг под другом. Заголовки каждой последующей ступени смещают на три-пять знаков вправо по отношению к заголовкам предыдущей ступени. Все заголовки начинают с прописной буквы без точки на конце. Последнее слово каждого заголовка соединяют отточием с соответствующим ему номером страницы в правом столбце оглавления.

Введение к работе. Здесь обычно обосновываются актуальность выбранной темы, цель и содержание поставленных задач, формулируются объект и предмет исследования, указывается избранный метод (или методы) исследования.

Содержание глав основной части должно точно соответствовать теме реферата и полностью её раскрывать. Эти главы должны показать умение автора, сжато, логично и аргументировано излагать материал. Важно понимать, что каждая глава должна представлять собой законченное произведение. Её

следует начинать постановкой рассматриваемой задачи, а завершать четкими, аргументированными выводами. Все приводимые в работе данные обязательно следует сопровождать подстрочной ссылкой на источник, описание которого должно приводиться в соответствии с требованиями библиографических стандартов. Как правило, основная часть реферата состоит из 2-3 глав, которые в случае необходимости разбиваются на параграфы.

Реферат заканчивается заключительной частью, которая так и называется «*заключение*». Этот синтез - последовательное, логически стройное изложение полученных итогов и их соотношение с общей целью и конкретными задачами, поставленными и сформулированными во введении.

После заключения помещается *библиографический список использованной литературы*, куда включаются оригинальные тексты, монографические исследования, научные статьи, учебные пособия и др.

Каждый включенный в такой список литературный источник должен иметь отражение в тексте реферата. Если автор реферата делает ссылку на какие-либо заимствованные факты или цитирует работы других авторов, то он должен обязательно указать в подстрочной ссылке, откуда взяты приведенные материалы. Список литературы должен включать не менее 10 источников.

Объем реферата должен составлять не менее 24 страниц машинописного текста. Объем приложений не ограничивается.

Общие требования к оформлению реферата.

Текст реферата должен быть напечатан на одной стороне стандартного листа белой односторонней бумаги формата А4 (210×297 мм) через полтора интервала (размер шрифта - 14) с применением черных чернил с полями вокруг текста. Размер левого поля 30 мм, правого - 10 мм, верхнего - 20 мм, нижнего - 20 мм. При таких полях каждая страница должна содержать приблизительно 1800 знаков (30 строк, по 60 знаков в строке, считая каждый знак препинания и пробел между словами также за печатный знак).

Текст перепечатывается в строго последовательном порядке. Не допускаются разного рода текстовые вставки и дополнения, помещаемые на отдельных страницах или на оборотной стороне листа, и переносы кусков текста в другие места. Все сноски и подстрочные примечания перепечатываются (через один интервал) на той странице, к которой они относятся. Все страницы нумеруются, начиная с титульного листа. Цифру, обозначающую порядковый номер страницы, ставят в правом углу верхнего поля листа (на первой и второй странице цифру, обозначающую порядковый номер, не ставят).

Приложение для рефератов является желательным, но необязательным элементом. В приложение обычно входят различные таблицы, графики, схемы, рисунки и т.п. Приложения помещают после списка использованных библиографических источников в порядке их упоминания в тексте. Каждое приложение следует начинать с нового листа. Приложение не входит в параметры минимального объема работы.

Критерии оценки самостоятельной работы студентов

Критерии оценивания результатов самостоятельной работы студентов разработаны с учетом требований ФГОС ВО. Задания, выносимые на самостоятельную работу, оцениваются по шкале «отлично», «хорошо», «удовлетворительно» и «неудовлетворительно».

Оценка «отлично» выставляется студенту, если теоретическое содержание курса освоено полностью, без пробелов; исчерпывающе, последовательно, четко и логически стройно излагает материал; свободно справляется с задачами,

вопросами и другими видами применения знаний; использует в ответе дополнительный материал все предусмотренные программой задания выполнены, качество их выполнения оценено числом баллов, близким к максимальному; анализирует полученные результаты; проявляет самостоятельность при выполнении заданий.

Оценка «хорошо» выставляется студенту, если теоретическое содержание курса освоено полностью, необходимые практические компетенции в основном сформированы, все предусмотренные программой обучения учебные задания выполнены, качество их выполнения достаточно высокое. Студент твердо знает материал, грамотно и по существу излагает его, не допуская существенных неточностей в ответе на вопрос.

Оценка «удовлетворительно» выставляется студенту, если теоретическое содержание курса освоено частично, но пробелы не носят существенного характера, большинство предусмотренных программой заданий выполнено, но в них имеются ошибки, при ответе на поставленный вопрос студент допускает неточности, недостаточно правильные формулировки, наблюдаются нарушения логической последовательности в изложении программного материала.

Оценка «неудовлетворительно» выставляется студенту, если он не знает значительной части программного материала, допускает существенные ошибки, неуверенно, с большими затруднениями выполняет практические работы, необходимые практические компетенции не сформированы, большинство предусмотренных программой обучения учебных заданий не выполнено, качество их выполнения оценено числом баллов, близким к минимальному.

Рекомендуемая литература:

Основная литература:

1. Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа: метод. пособие для спец. курса. - М.: Изд-во МГУ, 2007. - 204 с. Яшин Я. И., Яшин А. Я. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Состояние и перспективы // Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева). 2003. Т. XLVII. № 1. С. 64-79.
2. Любимова, Н. В. Теория и практика лабораторных биохимических исследований : учебник / Н. В. Любимова, И. В. Бабкина, Ю. С. Тимофеев. - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2019 — 416 с. : ил. - 416 с. - ISBN 978-5-9704-5322-3. - Текст : электронный // URL : <https://www.rosmedlib.ru/book/ISBN9785970453223.html>
3. Биофизическая и бионеорганическая химия: Учебник для студентов медицинских вузов / А.С. Ленский, И. Ю. Белавин, С. Ю. Быликин — 2-е изд., испр. и доп. - М.: ООО «Издательство «Медицинское информационное агентство», 2020 - Текст : электронный // URL : <https://www.medlib.ru/library/library/books/37968>
4. Контроль качества и стандартизация лекарственных средств: учебно-методическое пособие по производственной практике / под ред. Г. В. Раменской, С. К. Ордабаевой — М. : ГЭОТАР-Медиа, 2018 - Текст : электронный // URL : <https://www.rosmedlib.ru/book/ISBN9785970439791.html>

Дополнительная литература:

1. Доклинические исследования лекарственных веществ : учеб. пособие / А. В. Бузлама [и др.] ; под ред. А. А. Свистунова. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2017 - Текст : электронный // URL: <https://www.rosmedlib.ru/book/ISBN9785970439357.html>
2. Общая и неорганическая химия : учебник / Бабков А. В. , Барабанова Т. И. , Попков В.А. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2020 - Текст : электронный // URL: <https://www.rosmedlib.ru/book/ISBN9785970453919.html>
3. Общая химия : учебник / А. В. Жолнин ; под ред. В. А. Попкова, А. В. Жолнина. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014 - Текст : электронный // URL: <https://www.rosmedlib.ru/book/ISBN9785970429563.html>
4. Общая, неорганическая и органическая химия / Бабков А. В. , Попков В. А. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014 - Текст: электронный // URL: <https://www.rosmedlib.ru/book/ISBN9785970429785.html>
5. Основы физико-химического анализа продуктов нефтепереработки нефтехимического синтеза.
6. Ильичев И.С., Лазарев М.А., Щепалов А.А. Электронный учебно-методический комплекс. Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2010. – 163с.
7. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза. –М.: ТЕХНОСИЛА. 2009. -470 с.
8. Гольберт К. А., Вигдергауз М. С. Введение в газовую хроматографию. – М. : Химия, 1990. – 352 с.
9. Руководство по газовой хроматографии. Под ред. Э. Лейбцина, Х. Штруппе. В 2-х т., М. : Мир, 1988. – 510 с.

Интернет-ресурсы:

1. <http://ru.wikipedia.org> - электронная энциклопедия.
2. <http://www.koob.ru> - электронная библиотека.
3. <http://www.iqlib.ru> - Электронно-библиотечная система.
4. <http://studentam.net> - электронная библиотека учебников.
5. www.dissercat.ru - электронная библиотека диссертационных работ.

Программное обеспечение:

Специализированное программное обеспечение не требуется