Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Косенок Сергей Михайлович
Должность: ректор
Дата подписания: 01.07.2025 14:36:30
Уникальный программный ключ:
e3a68f3eaa1e62674b54f4998099d3d6bfdcf836

Оценочные материалы для промежуточной аттестации по дисциплине

Основы хроматографических методов

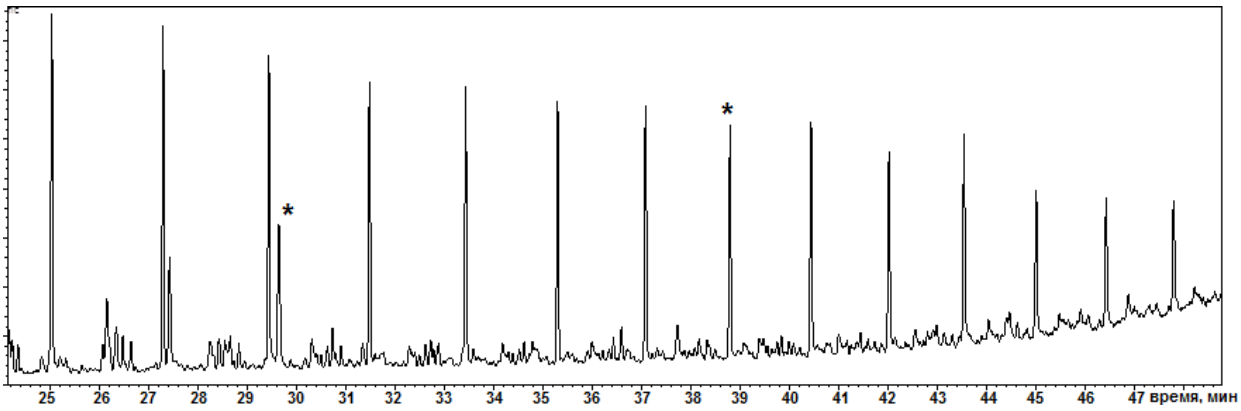
Код, направление подготовки	04.03.01, Химия
Направленность (профиль)	Химия
Форма обучения	очная
Кафедра-разработчик	Химии
Выпускающая кафедра	Химии

Типовые задания для контрольной работы:

1. Время удерживания вещества А равно 200 сек, вещества В – 220 сек. Ширина пика вещества А составляет 10 сек, вещества В – 15 сек. Рассчитать разрешение $\boldsymbol{R_S}$ для веществ А и В.

2. Смесь катионов щелочных металлов разделяют с помощью сильнокислотного катионообменника, используя в качестве элюента водный раствор HCl. Укажите последовательность, в которой будут выходить из колонки катионы следующих металлов:
Rb+, K+, Li+, Na+.

3. Идентифицировать на хроматограмме фракции насыщенных соединений нефти пики неизвестных веществ, отмеченных звездочкой (*):



Типовые вопросы к зачету:

1. Основные понятия, определения и теоретические основы хроматографии

Сущность хроматографического метода. История его возникновения. Современное состояние метода и области применения, значение и место среди других аналитических методов. Режим хроматографических процессов: фронтальный, вытеснительный, элюентный. Классификация хроматографических методов по агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат-сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз.

Теоретические основы хроматографии:

Основные характеристики хроматографического процесса. Коэффициент распределения. Удерживаемый объем и время удерживания. Коэффициент емкости. Коэффициент удерживания, его физический смысл. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Коэффициент разделения. Разрешение.

Размывание хроматографической зоны и его физические причины. Основы концепции теоретических тарелок. Число теоретических тарелок и эффективность колонки. Понятие о ВЭТТ. Недостатки концепции теоретических тарелок.

Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в подвижной и неподвижной фазах). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Принципиальная схема хроматографа. Выбор параметров хроматографического определения. Идентификация веществ. Количественный анализ. Измерение площадей и высот пиков. Методы внутреннего и внешнего стандартов. Источники погрешностей, воспроизводимость измерений.

2. **Планарная хроматография - тонкослойный и бумажный варианты**

Теоретические основы методов. Величина R_f, ее связь с коэффициентом распределения. Методы определения этой величины. Факторы, на нее влияющие. Бумага для хроматографии, подложки, сорбенты для тонкослойной хроматографии (ТСХ). Растворители для бумажной и тонкослойной хроматографии.

Техника получения хроматограмм: восходящая, нисходящая, одномерная, двумерная и круговая. Электрофоретическая бумажная хроматография. Методы качественного и количественного анализа. Высокоэффективная ТСХ. Области применения.

3. **Газовая хроматография (ГХ)**

Принцип метода. Теоретические основы метода. Определяемые вещества. Основные аналитические характеристики. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография.

Аппаратура для газовой хроматографии. Хроматографические колонки, термостаты, детекторы. Классификация детекторов и их важнейшие характеристики (линейность, чувствительность, отношение сигнал/шум, предел обнаружения). Программирование температуры.

Газы-носители, адсорбенты и неподвижные фазы и требования к ним. Модифицирование носителей. Реакционная газовая хроматография. Высокоэффективная капиллярная хроматография. Примеры применения.

Качественный газо-хроматографический анализ. Идентификация веществ на основе величины удерживания. Метод тестеров. Индексы удерживания Ковача. Источники погрешностей при их определении. Методика количественной газовой хроматографии.

Хромато-масс-спектрометрия. Области применения.

4. Жидкостная хроматография

Принцип метода. Определяемые вещества. Аналитические характеристики современной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Аппаратура для жидкостной хроматографии. Жидкостные хроматографы (колоночные, капиллярные). Насосы. Ввод проб. Колонки. Детекторы и их выбор. Подготовка пробы.

Адсорбционная хроматография. Основные представления о механизме жидкостной адсорбционной хроматографии (ЖАХ): роль химии поверхности адсорбента и природы жидкой подвижной фазы. Силикагель, его структура и химия поверхности. Модифицированные силикагели, принципы их получения и свойства. Оксид алюминия и другие сорбенты в ЖАХ. Требования к ним. Подвижная фаза (элюент) и требования к ней. Элюирующая сила подвижной фазы, элюотропные ряды. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения в ЖАХ. Изократическое и градиентное элюирование. Влияние температуры на элюирование.
Нормально-фазовая ЖАХ на силикагеле. Модели удерживания и типы взаимодействия сорбата с поверхностью сорбента. Роль воды. Области применения нормально-фазовой ЖАХ.
Обращенно-фазовая хроматография на модифицированных сорбентах. Механизм удерживания. Сольвофобная теория удерживания. Влияние структуры сорбатов на удерживание (дипольный момент, поляризуемость, объем молекулы, площадь гидрофобной поверхности). Влияние соотношения полярных и неполярных групп, внутримолекулярных связей и распределения электронной плотности в молекулах сорбата на их удерживание. Применение обращенно-фазовой ВЭЖХ.
Ионообменная хроматография. Сущность метода. Основные представления о механизме ионного обмена. Ионообменное равновесие. Константа равновесия, селективность, фактор разделения. Ряды селективности. Кинетика ионного обмена. Ионный обмен в неводных и смешанных средах.
Неорганические и органические ионообменники, их классификация. Комплексообразующие сорбенты. Физико-химические свойства ионообменников (обменная емкость, набухание, термическая и радиационная устойчивость).
Ионный обмен в колонках. Применение в анализе. Определение общей солевой концентрации, концентрирование примесей из разбавленных растворов. Разделение элементов с близкими химическими свойствами и аминокислот.
Ионная хроматография. Основы ионной хроматографии (ИХ). Сорбенты, требования к ним. Выбор сорбентов, размер частиц, матрица, функциональные группы. Время удерживания иона, его связь с коэффициентом селективности, обменной емкостью, объемом сорбента. Элюенты. Состав и элюирующая способность. Влияние pH и концентрации элюента на удерживание ионов. Аппаратура для ИХ, способы детектирования. Двухколоночная и одноколоночная ионная хроматография. Условия определения анионов и катионов. Примеры применения ИХ в анализе смесей неорганических и органических анионов и катионов.
Жидкость-жидкостная (распределительная) хроматография. Основы метода. Коэффициент распределения, факторы, влияющие на его величину. Носители, неподвижные фазы, требования к ним. Подвижные фазы. Противоточная хроматография. Примеры применения для разделения и концентрирования неорганических и органических соединений.

5. Тандемные и комбинированные методы анализа

Сущность тандемных методов. Основные проблемы соединения хроматографа и масс-спектрометра. Интерфейсные устройства. Варианты тандемных и комбинированных методов анализа и их особенности: Хромато-ИК-фурье, ГХ/МС, ГХ/МС/МС, ГХ/МС ВР, ГХ/ГХ/МС, ВЖХ/МС. Сравнение характеристик и возможностей различных методов.