

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Романчук Иван Сергеевич
Должность: Ректор
Дата подписания: 29.01.2025 12:05:32
Уникальный программный ключ:
6319edc2b582ffdacea443f01d5779368d0957ac34f5cd074d81181530452479

Приложение к рабочей
программе дисциплины

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОРГАНИЗАЦИИ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

Наименование дисциплины	<i>Практикум по хроматографии</i>
Направление подготовки / Специальность	<i>04.03.01 Химия</i>
Направленность (профиль) / Специализация	<i>Химия</i>
Форма обучения	<i>очная</i>
Разработчик(и)	<i>Исаев Алексей Юрьевич, старший преподаватель кафедры органической и экологической химии</i>

1. Темы дисциплины для самостоятельного освоения обучающимися

На самостоятельное изучение выносятся тема «*Детекторы в газовой хроматографии*» из раздела 2. Хроматографические приборы.

Рекомендуемая литература для самоподготовки:

- Баффингтон Р., Уилсон М. Детекторы для газовой хроматографии. МИР, Москва, 1993 г., 80 стр.
- Царев Н.И., Царев В.И., Катраков И.Б. Практическая газовая хроматография: Учебно-методическое пособие для студентов химического факультета по спецкурсу «Газохроматографические методы анализа». — Барнаул: Изд-во Алт. ун-та, 2000.
 - Глава 3. Аппаратура: Пункты 3.3-3.5
- Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа (методическое пособие для специального курса), под ред. проф. О.А.Шпигуна. – Москва: МГУ, 2007.
 - Параграф 2.1. Газовая хроматография

2. План самостоятельной работы

№ п/п	Наименование тем и/или разделов	Виды самостоятельной работы	Форма отчетности/ контроля	Количество баллов	Рекомендуемый бюджет времени на выполнение (ак.ч.)*
1	2	3	4	5	6
1	Общие теоретические основы хроматографии	Чтение обязательной и дополнительной литературы, проработка лекций	Контрольная работа Устные опросы	к/р 6 б.	12
2	Хроматографические приборы	Чтение дополнительной литературы, проработка лекций, подготовка к лабораторным работам	Контрольная работа Отчеты по лабораторным работам Устные опросы Доклад	Контрольная работа 6 б. Доклад 9 б.	8
3	Качественный анализ	Чтение обязательной и дополнительной литературы, проработка лекций подготовка отчетов по лабораторным работам	Контрольная работа Отчеты по лабораторным работам Устные опросы	к/р 3 б.	8
4	Количественный анализ	Чтение обязательной и дополнительной литературы,	Контрольная работа Отчеты по лабораторным	к/р 3 б.	8

		проработка лекций подготовка отчетов по лабораторным работам	работам Устные опросы		
5	Практическое применение хроматографии	Чтение дополнительной литературы, проработка лекций, подготовка отчетов по лабораторным работам	Отчеты по лабораторным работам Устные опросы	0	12
6	Зачет	Подготовка к зачету	Тест Зачет	0	4
	Итого			27	52

3. Требования и рекомендации по выполнению самостоятельных работ обучающихся, критерии оценивания

3.1 Устный опрос

Краткая характеристика: Устный опрос проводится перед каждой лабораторной работой по теме и материалу предстоящей работы.

Критерии оценивания: Полный развернутый правильный ответ оценивается максимальным количеством баллов, предусмотренным данным опросом; студент приступает к выполнению работы. Неполный правильный ответ (ответ, содержащий неточности) оценивается в процентах от максимального количества баллов; студенту отводится время на дополнительную подготовку перед началом работы. Неправильный ответ не оценивается; студент не допускается до работы.

Для успешной подготовки к устному опросу необходимо ознакомиться с методикой проведения эксперимента в методических указаниях к лабораторным работам, определиться с объектом и предметом исследований, целями и задачами предстоящей лабораторной работы. Кроме этого, необходимо подготовить лабораторный журнал, где должен быть составлен план работ или алгоритм эксперимента, указана необходимая комплектация прибора, подготовлены таблицы для фиксации ожидаемых результатов.

Устные опросы проводятся согласно темам лабораторных занятий, приведенным в РПД.:

1. Определение относительного среднеквадратичного отклонения (СКО) выходных сигналов хроматографического детектора.
2. Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава.
3. Определение концентрации борнилацетата в пихтовом масле методом нормализации и методом внутреннего стандарта.
4. Определение мертвого времени удерживания несорбируемого газа расчетным методом.
5. Количественный анализ по методу абсолютной калибровки.
6. Определение эффективности хроматографической колонки.
7. Определение карбонильных соединений в табачном дыме.
8. Определение качественного и количественного состава неизвестной смеси органических веществ.
9. Масс-спектрометрические определение хлорорганических пестицидов.
10. Определение содержания углекислого газа в воздухе рабочей зоны.

11. Определение микропримесей в ликероводочной продукции.
12. Определение остаточного содержания растворителя в лекарственных препаратах.
13. Определение содержания твердых парафинов в дизельном топливе.
14. Определение фракционного состава нефти.
15. Определение содержания ионола в трансформаторном масле.

Основные типы вопросов:

- Необходимая комплектация прибора для выполнения заданной лабораторной работы.
- Порядок включения и выключения прибора для данной лабораторной работы.
- Используемый режим работы прибора и его особенности.
- Порядок пробоподготовки.
- Порядок хроматографического анализа.
- Способ введения пробы и детектирования сигнала.
- Ожидаемый вид хроматограммы, интерпретация результатов и их расчет.

3.2 Отчет по лабораторной работе

Краткая характеристика: после выполнения каждой лабораторной работы студент предоставляет отчет с кратким изложением проделанной работы, основными результатами, полученными в ходе работы, сопутствующими расчетами и выводами (заключением) о результатах работы.

Критерии оценивания: полный отчет, предоставленный в срок и включающий все ключевые особенности работы, основные результаты, расчеты, верные результаты эксперимента и их корректную интерпретацию, оценивается максимальным баллом, предусмотренным за данную работу. Неполный отчет, в котором некоторые пункты отсутствуют, оценивается пропорционально от максимального балла. Отчет, содержащий неверные результаты эксперимента или сданный позже установленного срока, не оценивается.

Отчеты оцениваются, согласно шкале оценок, приведенной в МУП, при этом отчеты, не содержащие выводов, оцениваются максимум в 50% от максимальной оценки. Не допускается сдача несколькими студентами идентичных, дословно совпадающих отчетов. Такие работы от разных студентов оцениваются в 0 баллов

Лабораторные работы допускается оформлять в рукописном виде и в форме документа, подготовленного на компьютере. Образец предоставления отчета:

ФИО, группа
Дата: _____
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № _____
Тема: _____
Цель работы: _____
Техника безопасности (кратко): _____
Материалы, посуда и оборудование: _____
План (этапы выполняемой работы): _____
1.
2.
...
Описание газохроматографической системы (газ-носитель, колонка, детектор, режим хроматографирования, программное обеспечение)
Рисунки и обозначения (если необходимо)
Результаты работы в виде графиков (хроматограммы, калибровочные графики) и расчетных таблиц
Выводы: _____

Подготовленный отчет должен быть предоставлен для проверки в срок не позднее следующего занятия со дня проведения лабораторной работы. Не предоставленные в срок работы не оцениваются или могут быть оценены с существенным снижением оценки.

Подготовленный письменный отчет в дальнейшем подлежит устной защите. Защита представляет короткий блиц-опрос по теме работы и включает минимум три вопроса, не выходящие за пределы темы обсуждаемой работы. Оценка за защиту зависит от полноты и правильности ответа на каждый вопрос: полный развернутый правильный ответ оценивается максимальным количеством баллов, предусмотренным за данную работу в МУП. Неполный правильный ответ (ответ, содержащий неточности) оценивается в процентах от максимального количества баллов; студенту задаются дополнительные вопросы наводящего характера. Неправильный ответ или отказ от ответа оценивается в 0 баллов. Защиты проводятся индивидуально. Срок защиты каждой лабораторной работы – не позднее чем через 2 недели после её фактического выполнения.

3.3 Доклад

Доклады готовятся по теме «Детекторы», входящей в тему 2 «Хроматографические приборы».

Краткая характеристика: Подготовка доклада по определенной теме, которая определяется преподавателем. Подготовка доклада подразумевает самостоятельное изучение нескольких литературных источников (монографий, научных статей и т. д.) по определённой теме, предполагает глубокую проработку какого-либо вопроса, систематизацию материала и краткое его изложение. Цель подготовки доклада – привитие обучающемуся навыков краткого, лаконичного и наглядного представления собранных материалов и фактов в соответствии с требованиями, предъявляемыми к выступлениям на конференциях.

Основные разделы доклада:

- Принцип действия
- Схема устройства детектора
- Сфера применения, классы соединений, к которым чувствителен данный детектор
- Характеристики: диапазон линейности, нижний предел определения или детектирования, чувствительность, уровень шума и причины его появления, быстродействие (время отклика), селективность.

Примеры детекторов, по которым подготавливается доклад:

- Детектор по теплопроводности (ДТП)
- Пламенно-ионизационный детектор (ДИП, ПИД)
- Детектор электронного захвата (ЭЗД, ДЭЗ)
- Термоионный детектор (ТИД, АФД)
- Пламенно-фотометрический детектор (ПФД)
- Фотоионизационный детектор (ФИД)
- Атомно-эмиссионный детектор (АЭД)
- Хемилюминесцентный детектор (ХЛД)
- Гелий-ионизационный детектор (ГИД)
- Инфракрасные детекторы (ИКД)
- Масс-селективный детектор (МСД)

Требования к презентации и выступлению:

- Презентация PowerPoint (или совместимая).
- Объем доклада – не более 10 минут (вместе с обсуждением).
- Допускается подготовка доклада в парах при условии, что в докладе участвуют оба студента.

Критерии оценивания: Доклады оцениваются от 0 до 9 баллов в зависимости от качества подготовленного доклада и его представления.

- | | |
|---|----------|
| <input type="checkbox"/> Содержательная часть доклада | 3 б |
| <input type="checkbox"/> Оформление и выступление | 2 б |
| <input type="checkbox"/> Ответы на вопросы | 2 б |
| <input type="checkbox"/> Участие в дискуссии по другим докладам | 2 б |
| Всего: | 9 баллов |

3.4 Контрольная работа

Краткая характеристика: письменная работа, предполагающая развернутый ответ на поставленный теоретический вопрос, а также проведение расчетов связанных с обработкой результатов хроматографического эксперимента.

Назначение контрольных работ состоит в оценке усвоения материала студентом, в том числе, оценке его самостоятельной проработки теоретического материала.

Контрольные работы сгруппированы в 3 блока по 4 вопроса. Каждый студент получает индивидуальный вариант контрольной работы.

Критерии оценивания: полный, развернутый ответ, данный с использованием соответствующей терминологии и (или) правильный расчет с использованием подходящего математического аппарата и верным результатом оценивается максимальным за данную контрольную работу баллом. Неполный ответ, или ответ, данный без использования подходящих терминов/понятий, а также расчет, содержащий незначительные недочеты, не влияющие на точность ответа, оцениваются в 50% от максимального. Неверный ответ, отсутствие ответа или расчет с грубыми ошибками, приводящими к неверному результату, оцениваются в 0 баллов.

3.5 Тест

Краткая характеристика: небольшие тестовые задания направлены на оценку самостоятельного изучения материала студентами, которые имеют пропуски занятий. Тесты предлагаются к решению во время зачетной недели или непосредственно перед ней. Вопросы в тесте выбираются исходя из того, какие занятия и какие темы студентом были пропущены, чтобы удостовериться, что материал был изучен самостоятельно, или выявить пробелы в знаниях, которые необходимо ликвидировать до зачета.

Критерии оценивания: Каждый верный ответ оценивается в 0,1 балла. Неверные ответы оцениваются в 0 баллов

4. Рекомендации по самоподготовке к промежуточной аттестации по дисциплине

Для получения зачета по дисциплине необходимо набрать 61 балл и более (для очной формы обучения). Обучающиеся, не набравшие 61 балла, сдают зачет по дисциплине в устной или письменной. Зачет проводится в форме собеседования по заранее определенным вопросам. Собеседование имеет целью выявление уровня освоения дисциплины, характеризующего знания обучающегося в соответствии с определенными компетенциями.

Критерии оценивания: По итогам зачета выставляется оценка «зачтено» либо «не зачтено». Оценка «зачтено» выставляется обучающемуся, который дает полный, развернутый ответ на поставленный вопрос, раскрывает основные положения темы; показывает умение выделить существенные и несущественные признаки, причинно-следственные связи; в ответе прослеживается четкая структура, логическая последовательность, отражающая сущность раскрываемых понятий, теорий, явлений; ответ излагается литературным языком в научных терминах; в ответе допущены недочеты или незначительные ошибки, исправленные обучающимся с помощью преподавателя либо дает недостаточно полный и недостаточно развернутый ответ; логика и последовательность изложения имеют нарушения; допускает ошибки в раскрытии понятий, употреблении терминов, которые затрудняется исправить самостоятельно; не способен самостоятельно выделить существенные и несущественные признаки, причинно-следственные связи; может конкретизировать обобщенные знания, доказав на примерах их основные положения только с помощью преподавателя; речевое оформление ответа требует поправок, коррекции.

Оценка «не зачтено» выставляется обучающемуся, который дает неполный ответ, представляющий собой разрозненные знания по теме вопроса с существенными ошибками в определении; в ответе присутствует фрагментарность, нелогичность изложения; обучающийся не осознает связь данного понятия, теории, явления с другими объектами

дисциплины; отсутствуют выводы, конкретизация и доказательность изложения; речь неграмотная; дополнительные и уточняющие вопросы преподавателя не приводят к коррекции ответа студента не только на поставленный вопрос, но и на другие вопросы дисциплины, либо обучающийся отказывается от ответа.

Примерные вопросы для подготовки к зачету:

1. Основные принципы хроматографического метода. Задачи и возможности газовой хроматографии.
2. Классификация методов хроматографии по признаку природы явлений в основе разделения, по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз, по методике проведения.
3. Основные параметры хроматографического процесса. Концепция теоретических тарелок. Кинетическая теория. Размывание хроматографической зоны. Хроматографический пик. Форма изотермы сорбции и соответствующие им профили хроматографических пиков.
4. Параметры удерживания. Время удерживания. Объем удерживания. Абсолютные и исправленные величины удерживания.
5. Параметры разделения. Коэффициент распределения. Коэффициент разделения. Коэффициент емкости. Эффективность хроматографической колонки. Число теоретических тарелок. Высота эквивалентная теоретической тарелке. Число разделений. Степень разделения. Селективность колонки.
6. Принципиальная схема газового хроматографа. Основные узлы хроматографа, их назначение и принцип действия.
7. Хроматографические колонки. Насадочные и капиллярные колонки. Сорбенты для газовой хроматографии. Неподвижные фазы. Полярность фаз. Селективность фаз. Методики заполнения хроматографической колонки. Подготовка колонок (кондиционирование). Методики ввода пробы в колонку.
8. Детекторы. Принципы работы различных детекторов: ДТП, ДИП, ДЭЗ, ДПФ, ТИД, ФИД и др. Деструктивные и неструктивные детекторы. Концентрационные и потоковые детекторы. Чувствительность детектора. Порог чувствительности. Инерционность детектора. Линейный диапазон детектора.
9. Задачи качественного анализа. Проблема идентификации хроматографических пиков. Графические методы идентификации. Индексы удерживания (абсолютные и относительные). Индексы удерживания Ковача (линейный и логарифмический). Метод стандартной добавки.
10. Задачи количественного анализа. Количественные характеристики аналитического сигнала — высота и площадь хроматографического пика. Графическое и автоматическое измерение площади пиков. Метод расчета площади пика по методу треугольника. Методы расчета площади асимметрического пика. Методы расчета площади пика примеси, находящейся на заднем фронте основного пика. Методы расчета площади срезанного пика.
11. Методы количественного расчета: метод абсолютной калибровки, метод нормализации, нормализация с калибровочным коэффициентом, метод внутренней нормализации.
12. Многокомпонентные смеси, их типы и разновидности. Особенности методики хроматографического анализа сложных смесей: выбор метода пробоподготовки, фракционирование проб, обеспечение необходимого уровня эффективности и селективности колонки, обеспечение полноты детектирования. Оценка погрешностей.
13. Аналитические задачи определения содержания примесей. Классификация примесей по химической природе и физическому состоянию. Микропримеси.
14. Особенности методики хроматографического определения содержания примесей: выбор метода пробоподготовки, концентрирование, обеспечение необходимого уровня эффективности и селективности колонки, обеспечение необходимой чувствительности детектора и полноты детектирования. Оценка погрешностей.

15. Особенности методики хроматографического анализа пищевых продуктов. Методы пробоподготовки. Химическое модифицирование компонентов пробы.

16. Обеспечение необходимого уровня эффективности и селективности колонки, обеспечение необходимой чувствительности детектора и полноты детектирования. Оценка погрешностей.

Для успешной подготовки к зачету настоятельно рекомендуется систематическое изучение и проработка лекционного материала, а также учебников из списка рекомендованной литературы. Особую пользу при подготовке к сдаче зачета могут принести пособия:

- Высокоэффективная газовая хроматография/ ред. К. Хайвер. – М.: Мир, 1993.
- Третьяков Н.Ю. Хроматография: лаб. практикум. – Тюмень: Изд-во ТюмГУ, 2008.
- Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа (методическое пособие для специального курса), под ред. проф. О.А.Шпигуна. – Москва: МГУ, 2007. – Режим доступа: <http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/analyt/chrom/part1.pdf>

Кроме этого, для формирования целостного представления о хроматографии предлагается ознакомиться с курсом видеолекций «Хроматография: толкование и приложения в науке и технологии» от компании «Интерлаб»: <https://rutube.ru/plst/546342/>

Повторять разделы рекомендуется в том же порядке, в котором происходило их изучение на лекциях. Подробный тематический план дисциплины приведен в пункте РПД 4.2.1 «Содержание теоретического курса», а также перечислен в МУП в системе MODEUS.

Отдельное внимание следует уделить теоретическим моделям, которые объясняют хроматографический процесс, а также методам качественного и количественного анализа, имеющим практическую значимость.