

Міністерство освіти і науки України

Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна
Кафедра хімічної метрології

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Проректор з науково-педагогічної
роботи

_____ А.В. Пантелеймонов

“ _____ ” _____ 20__ р.

Робоча програма навчальної дисципліни

Сучасні методи хроматографії та електрофорезу

рівень вищої освіти: другий магістерський рівень

галузь знань: 10 природничі науки

спеціальність: 102 хімія

освітня програма: хімія

спеціалізація

вид дисципліни: за вибором

факультет: хімічний

2018 / 2019 навчальний рік

Програму рекомендовано до затвердження вченою радою хімічного факультету

“31” серпня 2018 року, протокол № 7

РОЗРОБНИКИ ПРОГРАМИ:

Коновалова Ольга Юрїївна, к.х.н., доцент кафедри хімічної метрології

Програму схвалено на засіданні кафедри хімічної метрології

Протокол від “30” серпня 2018 року № 1

Завідувач кафедри хімічної метрології

_____ О.І. Юрченко
(підпис)

Програму погоджено методичною комісією хімічного факультету

Протокол від “ 31 ” серпня 2018 року № 1

Голова методичної комісії хімічного факультету

_____ П.В. Єфімов
(підпис)

ВСТУП

Програма навчальної дисципліни «Сучасні методи хроматографії та електрофорезу» складена відповідно до освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми підготовки магістра 102 Хімія

1. Мета та завдання навчальної дисципліни

1.1. **Метою** викладання навчальної дисципліни є навчання студентів використовувати комплекс теоретичних засад та експериментальних засобів для проведення аналітичних та фізико-хімічних досліджень з використанням хроматографічних та електрофоретичних методів аналізу та методів пробопідготовки.

1.2. Основними **завданнями** вивчення дисципліни є вивчення теоретичних засад хроматографічних та електрофоретичних методів; ознайомлення з особливостями та принципами роботи в газовій, рідинній та тонкошаровій хроматографії, планарному та капілярному електрофорезі; вивчення методів пробопідготовки.

1.3. Згідно з вимогами освітньо-професійної програми, студенти мають досягти таких результатів навчання:

ЗНАТИ ТА РОЗУМІТИ теоретичні засади та принципи використання методів газової, рідинної та тонкошарової хроматографії, планарного та капілярного електрофорезу, що використовують для розділення, ідентифікації та кількісного визначення, а також пробопідготовки органічних та неорганічних речовин;

ВМІТИ обирати оптимальну систему методів пробопідготовки, розділення та кількісного визначення компонентів в складних об'єктах аналізу, виконувати експериментальні дослідження з використанням методів хроматографії та електрофорезу.

1.4. Кількість кредитів 7.

1.5. Загальна кількість годин – 210.

1.6. Характеристика навчальної дисципліни	
За вибором	
Денна форма навчання	Заочна (дистанційна) форма навчання
Рік підготовки	
1-й	1-й
Семестр	
1-й	1-й
Лекції	
32 год.	10 год.
Практичні, семінарські заняття	
--	--
Лабораторні заняття	
32 год.	10 год.
Самостійна робота	
146 год.	190 год.
Індивідуальні завдання	
год.	

Співвідношення кількості годин аудиторних занять до самостійної та індивідуальної роботи становить (%):

для денної форми навчання – 43,8 %

для заочної форми навчання – 10,5 %.

2. Тематичний план навчальної дисципліни

Розділ 1. Хроматографічні методи аналізу

Лекції

Тема 1. Хроматографічні методи аналізу: засади та класифікація. Основні параметри хроматографічного утримання.

В темі розглядаються принципи та сучасні класифікації хроматографічних методів аналізу, опис хроматограм, абсолютні та відносні параметри хроматографічного утримання.

Тема 2. Хроматограма та її характеристики. Методи кількісного аналізу в хроматографії.

В темі розглядається хроматограма як джерело даних про кількісний склад суміші: вибір і вимір основних кількісних параметрів хроматографічного піку; способи визначення площ хроматографічних піків, визначення площ не цілком розділених, асиметричних, вузьких, зашкалених піків, неповністю розділених хроматографічних піків. Розбираються методи розрахунку концентрацій аналізованих речовин: метод абсолютного калібрування, метод внутрішньої нормалізації, метод внутрішнього і подвійного внутрішнього стандарту, метод доданків, метод «мітка-стандарт»; методи кількісного аналізу сумішей.

Тема 3. Теорія хроматографічного розділення. Теорія макроскопічних постійних.

В темі розглядаються класифікація моделей хроматографічного розділення за формою ізотерм сорбції і швидкості встановлення рівноваги між нерухомою і рухомою фазами. Ретельно розбираються засади теорії макроскопічних постійних; зв'язок часу утримання й об'єму утримання з константою розподілу, їхня залежність від температури; особливості теорії лінійної нерівноважної хроматографії для газової і рідинної хроматографії; рівняння Ван-Деемтера, Жуховицького, Джонса, Гіддінгса та інші модифікації рівняння Ван-Деемтера для газової хроматографії.

Тема 4. Теорія хроматографічного розділення. Теорія тарілок. Теорія моментів.

Розбирається теорія теоретичних тарілок у хроматографії; висота, еквівалентна теоретичній тарілці (ВЕТТ) та її зв'язок з ефективним коефіцієнтом дифузії; вплив розміру зерна сорбенту на ВЕТТ; залежність приведеної ВЕТТ від приведеної швидкості елюенту. В темі розбирається теорія нелінійної хроматографії; асиметрія хроматографічного піку; формується уява про застосування методу статистичних моментів та розглядається зв'язок різних статистичних моментів і форми хроматографічного піку. В темі вивчаються критерії розділення і селективності; залежність ступеня розділення від ефективності, селективності і коефіцієнта ємності колонки (часу аналізу) для бінарних сумішей; вибір параметрів хроматографічного розділення й оптимізація розділення.

Тема 5. Газова хроматографія. Газо-адсорбційна хроматографія.

Розбираються основи якісного аналізу. В темі розглядаються основи газо-адсорбційної хроматографії (ГАХ); твердий носій, мінеральні і полімерні адсорбенти, пористі і непористі адсорбенти; зв'язок хімії поверхні і структури пір адсорбентів з їх хроматографічними властивостями; вплив адсорбційної активності твердого носія на асиметрію хроматографічного піку; хімічне й адсорбційне модифікування поверхні адсорбентів; вплив температури на утримання і розділення.

Тема 6. Газова хроматографія. Газо-рідинна хроматографія.

В темі розглядаються основи газо-рідинної хроматографії (ГРХ); нерухомі рідкі фази: вимоги до них, їх полярність та селективність, шкали полярності рідких фаз, фактори полярності Роршнайдера і Мак-Рейнольдса, бінарні сорбенти, основні методи регулювання селективності сорбентів у ГРХ, методи нанесення нерухомої рідини на твердий носій. В темі розглядаються основи капілярної газової хроматографії; капілярні колонки WCOT, PLOT, SLOT; основні закономірності розмивання хроматографічних зон у капілярній хроматографії; введення проби з розподілом і без розподілу потоку. В темі

розглядається підготовка проби в газовій хроматографії: пряме введення проби, рідинна і твердофазна екстракція, предколонкова та постколонкова дериватизація, аналіз рівноважної газової фази.

Тема 7. Газова хроматографія. Апаратурне оформлення.

В темі розглядаються система підготовки і регулювання газів, гази-носії та їх властивості; дозування газоподібних і рідких сумішей, парофазне дозування; хроматографічні колонки: насадочні, мікронасадочні і капілярні; детектори: класифікація, характеристики, типи детекторів (ПД, ДТП (катарометр), детектор по захопленню електронів (ЕЗД), ТД (термоіонний детектор), ПФД (полум'яно-фотометричний), детектор по щільності, аргонний і гелієвий фотоіонізаційні детектори, ультразвуковий детектор, мас-спектрометричний детектор, інші види детекторів), виконується порівняльна характеристика ГХ-детекторів; термостат та програмування температури колонок; системи реєстрації сигналу детекторів: інтегратори, самописи, ПК.

Тема 8. Рідинна хроматографія. Рідинно-адсорбційна хроматографія.

В темі розглядається якісний аналіз в рідинній хроматографії. В темі ретельно розбирається рідинно-твердофазна молекулярна (адсорбційна) хроматографія: механізм рідинно-адсорбційної хроматографії (РАХ), селективність та фактори, що впливають на ефективність хроматографічних колонок у РАХ (розмір часток, характер їхнього пакування, швидкість потоку й ін.), способи одержання високоефективних колонок.

Тема 9. Рідинна хроматографія. Рідинно-рідинна (розподільча) хроматографія.

Формується поняття про високоефективну рідинну хроматографію (ВЕРХ), розглядаються роль геометричної структури адсорбенту, хімії його поверхні, модифіковані поверхні адсорбенту. В темі розглядаються поняття про звернено-фазову хроматографію та вплив природи елюенту; поняття «елююча сила» рухомої фази та «елюотропні ряди», а також вплив природи і складу елюенту на селективність розділення в РАХ, градієнтне елюювання в РАХ. В темі формуються основні уявлення про механізм та основні закономірності в іонообмінній, іонній та іон-парній хроматографії, міцелярній хроматографії та ексклюзивній хроматографії. В темі розглядається підготовка проби в рідинній хроматографії: пряме введення проби, рідинна та твердофазна екстракція, предколонкова та постколонкова дериватизація.

Тема 10. Рідинна хроматографія. Апаратурне оформлення.

В темі розглядається апаратурне оформлення рідинної хроматографії: системи підготовки розчинників та вимоги до них; системи градієнтного елюювання; насоси для рідинної хроматографії, їх основні характеристики та вимоги до них, демпферні системи; система введення проби; колонки для рідинної хроматографії та їх будова; термостатування колонок; система постколонкової дериватизація; детектори: рефрактометричний, спектрофотометричний (однохвильовий, зі зміною довжин хвиль, діодна матриця), флуориметричний, електрохімічні (вольтамперометричний, кулонометричний, полярографічний), мас-спектрометричний; колектор фракцій; системи реєстрації сигналу детектора: інтегратори, самописи, ПК.

Тема 11. Планарні види хроматографії. тонкошарова та паперова.

В темі розглядаються різновиди та особливості планарних варіантів хроматографії, зв'язок коефіцієнту розділення з величиною R_f та способи її визначення. методологія планарних варіантів хроматографії, одномірна і двовимірна хроматографія. Проводиться ознайомлення з носіями, сорбентами та розчинниками, що застосовують в цьому методі.

Тема 12. Тонкошарова хроматографія. Якісний та кількісний аналіз.

В темі розглядаються нормально-фазова й звернено-фазова тонкошарова хроматографія (ТШХ). Розбираються способи та прилади для одержання хроматограм у тонких шарах та на папері; способи проведення планарних варіантів хроматографії, обробки ТШХ-пластин або паперу та виявлення безбарвних сполук; екстракція сполук з ТШХ-пластин і паперу. Розглядається зв'язок результатів ТШХ на ВЕРХ. Проводиться ознайомлення з високоефективною тонкошаровою хроматографією та міцелярною

тонкошаровою хроматографією. В темі розглядаються способи ідентифікації та кількісної оцінки хроматограм у тонких шарах і на папері.

Лабораторні роботи

Тема 13. Розрахункові задачі в хроматографії.

В темі розглядаються основні типи розрахункових задач в хроматографії.

Тема 14. Ідентифікація та напівкількісне визначення кофеїну в таблетках «Цитрамон-Дарниця» методом тонкошарової хроматографії.

Отримуються практичні навички виконання ТШХ-аналізу та виконується контроль якості лікарського препарату «Цитрамон-Дарниця».

Тема 15. Газовий хроматограф: устрій та робота з ним. Газохроматографічний аналіз продажних органічних розчинників.

Відбувається ознайомлення з устроєм газового хроматографу та отримуються навички виконання газохроматографічного аналізу.

Тема 16. Оцінка якості алкогольних напоїв методом газової хроматографії.

Отримуються навички виконання газохроматографічного аналізу та проводиться аналіз алкогольних напоїв.

Тема 17. Рідинний хроматограф: устрій та робота з ним. Напівкількісне визначення вмісту компонентів у суміші 1,2-діфторбензолу та 2-фтортолуолу за методом високоефективної рідинної хроматографії.

Відбувається ознайомлення з устроєм рідинного хроматографу, отримуються навички роботи з ним та виконується напівкількісний аналіз суміші органічних речовин.

Розділ 2. Електрофоретичні методи аналізу

Лекції

Тема 18. Електрофоретичні методи аналізу: історія розвитку, теоретичні засади, класифікація методів.

В темі розглядається історія розвитку електрофоретичних методів аналізу, досліді Рейсса; фізико-хімічні основи електроміграційних методів аналізу, будова подвійного електричного шару, теоретичні засади електрофоретичних методів аналізу, температурні ефекти; класифікація електроміграційних методів аналізу: фронтальний електрофорез, зонний електрофорез, ізоелектричне фокусування, ізотахофорез.

Тема 19. Планарний електрофорез.

В темі розглядаються об'єкти аналізу традиційних варіантів електрофорезу: протеїни, нуклеїнові кислоти; обладнання для планарного електрофорезу, горизонтальний та вертикальний електрофорез; методи детектування та кількісного визначення. Ретельно вивчаються гель-електрофорез у середовищі агар-агару; поліакриламідний гель-електрофорез; розділення протеїнів відповідно до їх молекулярних мас. В темі розглядається пульсуючий гель-електрофорез.

Тема 20. Капілярний електрофорез.

В темі розглядається капілярний електрофорез, його основи та обладнання, характеристика капіляру; електрофоретична рухомість та електроосмос, фактори, що впливають на електроосмотичний потік, вплив електроосмотичного потоку на напрямок та швидкість руху іонів. Вивчається зв'язок ефективності піків та профілю електроосмотичного потоку; фактори, що зменшують ефективність у капілярному електрофорезі: температурні, електрична дисперсія; взаємозв'язок факторів, що впливають на розділення при використанні капілярного зонного електрофорезу. Проводиться ознайомлення зі способами введення проб: електрокінетичним, гідростатичним та гідродинамічним; з детекторами, пряме та непряме детектування.

Тема 21. Міцелярна електрокінетична хроматографія.

В темі розглядається принципи та теоретичні основи міцелярної електрокінетичної хроматографії.

Лабораторні роботи

Тема 22. Приготування гелю з агар-агару для планарного електрофорезу.

Проводиться практичне знайомство з властивостями та методикою приготування носія для проведення зонального електрофорезу в агар-агаровому гелі.

Тема 23. Електрофоретичне розділення та напівкількісне визначення харчових синтетичних барвників Е 122 та Е 124, Е 102 та Е 133 в їх сумішах.

Проводиться практичне знайомство з роботою пристрою для проведення планарного електрофорезу, отримуються практичні навички виконання електрофоретичного аналізу в агар-агаровому гелі.

Тема 24. Захист реферату.

Формується навик роботи з науковою літературою; відбувається ознайомлення з сучасними методами аналізу; отримується навик професійного викладення інформації.

3. Структура навчальної дисципліни

Назви розділів і тем	Кількість годин											
	денна форма						заочна форма					
	усього	у тому числі					усього	у тому числі				
л		п	лаб.	інд.	с.р.	л		п	лаб.	інд.	с.р.	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Розділ 1.												
Тема 1	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 2	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 3	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 4	7	2				5	10.5	0.5				10
Тема 5	7	2				5	10	1				9
Тема 6	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 7	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 8	7	2				5	10	1				9
Тема 9	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 10	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 11	7	2				5	10	1				9
Тема 12	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 13	10			4		6	12			3		10
Тема 14	12			6		6						
Тема 15	12			4		6				3		10
Тема 16	10			5		6						
Тема 17	10			5		6	14					
Разом за розділом 1	138	24		24		90	134.5	7.5		6		121
Розділ 2.												
Тема 18	7	2				5	10	1				9
Тема 19	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 20	7	2				5	8.5	0.5				8
Тема 21	7	2				5	9.5	0.5				9
Тема 22	7			2		5						
Тема 23	10			4		6	14			4		10
Тема 24	27			2		25	25					25
Разом за розділом 2	72	8		8		56	75.5	2.5		4		69
<i>Усього годин</i>	210	32		32		146	210	10		10		190

4. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин	
		денна	заочна
Розділ 1.			
1	Тема 13. Розрахункові задачі в хроматографії.	4	3
2	Тема 14. Ідентифікація та напівкількісне визначення кофеїну в таблетках «Цитрамон-Дарниця» методом тонкошарової хроматографії.	6	--
3	Тема 15. Газовий хроматограф: устрій та робота з ним. Газохроматографічний аналіз продажних органічних розчинників.	4	3
4	Тема 16. Оцінка якості алкогольних напоїв методом газової хроматографії.	5	--
5	Тема 17. Рідинний хроматограф: устрій та робота з ним. Напівкількісне визначення вмісту компонентів у суміші 1,2-діфторбензолу та 2-фтортолуолу за методом високоефективної рідинної хроматографії.	5	--
Розділ 2			
6	Тема 22. Приготування гелю з агар-агару для планарного електрофорезу.	2	--
7	Тема 23. Електрофоретичне розділення та напівкількісне визначення харчових синтетичних барвників Е 122 та Е 124, Е 102 та Е 133 в їх сумішах.	4	4
8	Тема 24. Захист реферату.	2	--

5. Самостійна робота

Назва теми	Кількість годин	
	денна	заочна
Тема 1. Хроматографічні методи аналізу: засади та класифікація. Основні параметри хроматографічного утримання. Студент повинен ознайомитися: з принципом хроматографічного методу, сучасною класифікацією, що прийнято у методі аналізу, параметрами, що використовують для якісного аналізу в хроматографії.	5	8
Тема 2. Хроматограма та її характеристики. Методи кількісного аналізу в хроматографії. Студент повинен ознайомитися та навчитися обробляти звіт хроматографічного аналізу, освоїти прийоми кількісного аналізу у хроматографії.	5	8
Тема 3. Теорія хроматографічного розділення. Теорія макроскопічних постійних. Студент повинен ознайомитися з теоретичними підходами опису хроматографічного процесу.	5	8
Тема 4. Теорія хроматографічного розділення. Теорія тарілок. Теорія моментів. Студент повинен ознайомитися з теоретичними підходами опису хроматографічного процесу.	5	10
Тема 5. Газова хроматографія. Газо-адсорбційна хроматографія. Студенту необхідно ознайомитися з принципами газової	5	9

хроматографії.		
Тема 6. Газова хроматографія. Газо-рідинна хроматографія. Студенту необхідно ознайомитися з принципами газової хроматографії.	5	8
Тема 7. Газова хроматографія. Апаратурне оформлення. Студент повинен ознайомитися з будовою газового хроматографу та призначенням кожного з його вузлів.	5	8
Тема 8. Рідинна хроматографія. Рідинно-адсорбційна хроматографія. Студенту необхідно ознайомитися з принципами рідинної хроматографії.	5	9
Тема 9. Рідинна хроматографія. Рідинно-рідинна (розподільча) хроматографія. Студенту необхідно ознайомитися з принципами рідинної хроматографії.	5	8
Тема 10. Рідинна хроматографія. Апаратурне оформлення. Студент повинен ознайомитися з будовою рідинного хроматографу та призначенням кожного з його вузлів.	5	8
Тема 11. Планарні види хроматографії. тонкошарова та паперова. Студенту необхідно ознайомитися з ознаками, принципами планарної хроматографії, з класифікацією, що прийнято у рамках цього методу.	5	9
Тема 12. Тонкошарова хроматографія. Якісний та кількісний аналіз. Студенту необхідно ознайомитися з підходами якісною та кількісного аналізу в плоскостній хроматографії. Способами вибору рухомої та нерухомої фаз.	5	8
Тема 13. Розрахункові задачі в хроматографії. Студенту необхідно вміти розв'язувати основні типи задач, що застосовують в хроматографічному аналізі.	6	10
Тема 14. Ідентифікація та напівкількісне визначення кофеїну в таблетках «Цитрамон-Дарниця» методом тонкошарової хроматографії. Студенту необхідно провести хроматографічне розділення компонентів лікарського препарату «Цитрамон-Дарниця», проаналізувати результати ТСХ-аналізу, оцінити ефективність розділення, провести ідентифікацію та напівкількісне визначення кофеїну в таблетках.	6	--
Тема 15. Газовий хроматограф: устрій та робота з ним. Газохроматографічний аналіз продажних органічних розчинників. Студенту необхідно практично ознайомитися з будовою газового хроматографу з полум'яно-іонізаційним детектором, провести газохроматографічний аналіз реактивів органічних розчинників та оцінити їх якісний та кількісний склад.	6	10
Тема 16. Оцінка якості алкогольних напоїв методом газової хроматографії. Студенту необхідно практично ознайомитися з будовою газового хроматографу з мас-селективним детектором, провести газохроматографічний аналіз алкогольних напоїв, зрозуміти та освоїти принципи SCAN та SIM режимів аналізу, провести аналіз отриманих мас-спектрометричних даних.	6	--
Тема 17. Рідинний хроматограф: устрій та робота з ним. Напівкількісне визначення вмісту компонентів у суміші 1,2-діфторбензолу та 2-фтортолуолу за методом вискоефективної	6	--

рідинної хроматографії. Студенту необхідно практично ознайомитися з будовою рідинного хроматографу, провести розділення суміші 1,2-діфторбензолу та 2-фтортолуолу, проаналізувати отриману хроматограму та звіт, розрахувати напівкількісний склад суміші.		
Тема 18. Електрофоретичні методи аналізу: історія розвитку, теоретичні засади, класифікація методів. Студент повинен ознайомитися з принципами, класифікацією, теорією електрофоретичних методів аналізу.	5	9
Тема 19. Планарний електрофорез. Студенту необхідно ознайомитися з основами, апаратурою та варіантами планарного електрофорезу.	5	8
Тема 20. Капілярний електрофорез. Студенту необхідно ознайомитися з основами, теорією та апаратурою для капілярного електрофорезу, варіантами проведення аналізу в залежності від природи аналітів.	5	8
Тема 21. Міцелярна електрокінетична хроматографія. Студент повинен освоїти принцип та способи виконання методу аналізу.	5	9
Тема 22. Приготування гелю з агар-агару для планарного електрофорезу. Студент повинен ознайомитися з методикою та виконати приготування пластини агар-агарового гелю для планарного електрофорезу.	5	--
Тема 23. Електрофоретичне розділення та напівкількісне визначення харчових синтетичних барвників Е 122 та Е 124, Е 102 та Е 133 в їх сумішах. Студенту необхідно практично ознайомитися з приладом для планарного гель-електрофорезу, виконати розділення та провести напівкількісний аналіз сумішей барвників.	6	10
Тема 24. Захист реферату. Студенту необхідно підготувати реферат та зробити доповідь за вибраною темою.	25	25

6. Методи навчання

Лекції, лабораторні заняття, виконання індивідуальних завдань, самостійна робота студентів, контрольні заходи.

7. Методи контролю

Поточний контроль здійснюється у вигляді експрес-контролю на лекціях, складання колоквиумів за темами лабораторних робіт, захисту реферату.

Підсумковий контроль – іспит диференційований, проводиться у письмовій формі.

Виконання лабораторних робіт, експрес-контроль на лекціях оцінюються в балах, які потім додаються і переводяться в оцінку за національною та міжнародною системами відповідно до критеріїв, прийнятих в університеті.

8. Розподіл балів, які отримують студенти

Загальна сума балів – 100, вони розподіляються за видами роботи наступним чином: для денної та заочної форм навчання:

- експрес-контроль на лекціях – по 2 бали за кожен тему – всього 32 бали;
- виконання лабораторних робіт (допуск, виконання, захист) – 28 балів;

- підсумковий контроль, екзамен – 40 балів;

для денної форми навчання

Поточне тестування та самостійна робота для денної форми										Разом	Екзамен	Сума
Розділ 1					Розділ 2							
Т 1-12	Т 13	Т 14	Т 15	Т 16	Т 17	Т 18-21	Т 22	Т 23	Т 24	60	40	100
2	1	4	3	3	4	2	2	3	8			

для заочної форми навчання:

Поточне тестування та самостійна робота для денної форми										Разом	Екзамен	Сума
Розділ 1					Розділ 2							
Т 1-12	Т 13	Т 14	Т 15	Т 16,17	Т 18-21	Т 22	Т 23	Т 24	60	40	100	
2	2	--	7	--	2	--	7	12				

Шкала оцінювання

Сума балів за всі види навчальної діяльності протягом семестру	Оцінка за національною шкалою
90 – 100	відмінно
70-89	добре
50-69	задовільно
1-49	незадовільно

9. Методичне забезпечення

1. Робоча програма навчальної дисципліни.
2. Навчальні посібники, монографії, підручники, нормативні документи, довідники.
3. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт.
4. Комплект мультимедійних матеріалів для лекцій.
5. Роздавальні супровідні матеріали до лекцій (конспект).

10. Рекомендована література

Базова література

1. Сакодынський К.И. Аналитическая хроматография. М.: Химия, 1993. – 463 с.
2. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза. М.: Техносфера, 2009. – 472 с.
3. Ракс В.А., Єсауленко А.М. Сучасна хроматографія на гребні хвилі прогресу. Навчальний посібник. К.: Аванпост, 2014. – 168 с.
4. Конюхов В.Ю. Хроматография. М.: Лань, 2012. – 224 с.
5. Лабораторное руководство по хроматографическим и смежным методам: Пер. с англ./ Под ред. О. Микеша. М.: Мир, 1982. – Ч. 1. – 400 с.
6. Лабораторное руководство по хроматографическим и смежным методам: Пер. с англ./ Под ред. О. Микеша. М.: Мир, 1982. – Ч. 2. – 381 с.
7. Рассел Ж., Корн Р. Жидкостная хроматография. В.: VSD, 2012. – 112 с.
8. Хроматография в тонких слоях / Под ред. Э.Шталя. М.: Мир, 1965. – 508 с.
9. Poole C.F., Schuette S.A. Contemporary practice of chromatography. New York-Amsterdam-Oxford-Tokyo, 1984, - 708 p.
10. Яшин Я.И. Физико-химические основы хроматографического разделения. М.: Химия, 1976. – 216 с.
11. Шатц В.Д., Сахартова О.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Рига: Зинатне, 1988. – 390 с.
12. Москвин Л.Н., Царицина Л.Г. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. Л.: Химия, 1991. – 256 с.

13. Гааль Э., Медьеша Г., Верецкеи Л. Электрофорез в разделении биологических макромолекул. М.: Мир, 1982. – 448 с.

14. Остерман Л.А. Методы исследования белков и нуклеиновых кислот. М.: МЦНМО, 2002. – 248 с.

Допоміжна література

1. Snyder L. R. Principles of Adsorption chromatography. New York: Academic Press, 1968. - 685 p.

2. Сычев К.С. Практическое руководство по жидкостной хроматографии. М.: Техносфера, 2010. – 272 с.

3. Alekseeva A.V., Kartsova L.A. Potencies of ligand-exchange capillary electrophoresis in the determination of biologically active substances // Journal of analytical chemistry. – 2011. – Vol. 66. – P. 651-659.

4. Хроматография на бумаге / Под ред. И.М.Хайса и К.Мачека. М.: ИЛ., 1962. – 851 с

5. Байерман К. Определение следовых количеств органических веществ. М.: Мир, 1987. – 462 с.

6. Хеншен А., Хуппе К.-П., Лотшпайх Ф., Вельтер В. Высокоэффективная жидкостная хроматография в биохимии. М.: Мир, 1988. – 680 с.

7. Басова Е.М., Иванов В.М., Шпигун О.А. Мицеллярная жидкостная хроматография // Успехи химии. – 1999. – Т. 68, № 12. – С. 1083-1101.

8. Куликов А.Ю., Логинова Л.П., Самохина Л.В. Мицеллярная жидкостная хроматография в фармацевтическом анализе и других областях анализа (обзор) // Фармаком. - 2004. - № 1. –С. 1-31.

9. Berthod A, Garcia-Alvarez-Coque MC (2000) Micellar liquid chromatography. Marcel Dekker, New York

10. Руководство по капиллярному электрофорезу. Перевод Р.Ш. Вартапетяна. Москва, Научный совет Российской академии наук по хроматографии, 1996 год.

11. Стручкова И.В., Кальясова Е.А. Теоретические и практические основы поведения электрофореза белков в полиакриламидном геле. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. – 60 с.

Інформаційні ресурси

1. <http://www-chemistry.univer.kharkov.ua/uk/node/181>

Список лабораторних робіт.

Тема 13. Розрахункові задачі в хроматографії.

Тема 14. Ідентифікація та напівкількісне визначення кофеїну в таблетках «Цитрамон-Дарниця» методом тонкошарової хроматографії.

Тема 15. Газовий хроматограф: устрій та робота з ним. Газохроматографічний аналіз продажних органічних розчинників.

Тема 16. Оцінка якості алкогольних напоїв методом газової хроматографії.

Тема 17. Рідинний хроматограф: устрій та робота з ним. Напівкількісне визначення вмісту компонентів у суміші 1,2-діфторбензолу та 2-фтортолуолу за методом високоефективної рідинної хроматографії.

Тема 22. Приготування гелю з агар-агару для планарного електрофорезу.

Тема 23. Електрофоретичне розділення та напівкількісне визначення харчових синтетичних барвників Е 122 та Е 124, Е 102 та Е 133 в їх сумішах.

Тема 24. Захист реферату.

Засоби контролю знань студентів.

Поточний контроль здійснюється у вигляді експрес-контролю на лекціях, складання колоквиумів за темами лабораторних робіт, захисту реферату.

Підсумковий контроль – іспит диференційований, проводиться у письмовій формі.

Приклади експрес-контролю на лекціях.

Експрес-контроль знань за темою 1 «Основи та класифікація хроматографічних методів. Параметри хроматографічного утримування» (V курс, магістри)

ФІП _____ Група _____

- 1. Коефіцієнт ємності** – це... (дайте визначення, запишіть математичний вираз та відповідні пояснення). (0.25)
- Які відносні параметри утримування вам відомі? Наведіть математичні формули їх розрахунку. (0.5)
- Пов'яжіть фактор запізнення (R) з коефіцієнтом ємності (k'), що використовують у рідинній хроматографії. (0.75)
- 4. Витисна хроматографія:** суть, як компоненти суміші ($A+B+V$) переміщуються в колонці, вид хроматограм. Наведіть ознаки та модифікації цього методу. Як кількісно можна розрахувати склад суміші за цим методом? (0.5)

Експрес-контроль знань за темою 2 «Хроматограма та її характеристики. Методи кількісного аналізу у хроматографії». (V курс, магістри)

ФІП _____ Група _____

- 1. Ширина хроматографічного піку** – це... (дайте визначення, зобразіть на хроматограмі без та з дрейфом нульової лінії, назвіть окремі частини хроматографічного піку). (0.5)
- Які типи асиметрії хроматографічних піків вам відомі? Як кількісно описати міру асиметрії, наведіть пояснення та зробіть відповідні висновки. (0.75)
- 3. Метод внутрішнього стандарту.** Вкажіть суть методу, наведіть розрахункові формули та відповідні пояснення до них. Наведіть переваги та недоліки цього методу. (0.75)

Приклад екзаменаційного білету.**ЗРАЗОК**

ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ В.Н. КАРАЗІНА
 Факультет хімічний Спеціальність 102 Хімія
 Семестр 1 Форма навчання: денна
 Рівень вищої освіти: магістр
 Навчальна дисципліна: Сучасні методи хроматографії та електрофорезу

ЕКЗАМЕНАЦІЙНИЙ БІЛЕТ № 1

1. Основні параметри хроматографічного утримання. Абсолютні, відносні та інтерполяційні величини утримання. (9 балів)
2. Детектори, що використовують в газовій хроматографії. Характеристики детекторів (чутливість, лінійність, межа виявлення). Принцип роботи детектору по теплопровідності (ДТП, катарометру). (9 балів)
3. Адсорбенти для високоефективної рідинної хроматографії: геометрична структура та хімія поверхні. Поняття про звернено-фазову хроматографію. Основні положення сольвофобної теорії Хорвата. (9 балів)
4. Теоретичне завдання. (3 бали)
5. На пластинці для тонкошарової хроматографії (10 см×10 см) фірми “Sorbfil” (Росія) розділено суміш двох барвників. Лінії старту та фінішу наносили на відстані 1 см від краю пластини. Відстань від лінії старту до центру зон розділених речовин – 3 см та 5 см. Розрахуйте параметр R_f барвників. (4 бали)

Теоретичне питання в рамках задачі. (1 бал)

6. Розрахуйте лінійну швидкість міграції та електрофоретичну рухливість двозарядної біологічної молекули з радіусом 2 нм при електрофорезі у 1 % агаровому гелі, якщо динамічна в'язкість гелю 0.67 Па·с, напруженість електричного поля 6 В/см. (4 бали)

Теоретичне питання в рамках задачі. (1 бал)

Затверджено на засіданні кафедри хімічної метрології
 Протокол № 6 від 04 грудня 2018 р.

Зав. кафедри _____ проф. Юрченко О.І. Екзаменатор _____ доц. Коновалова О.Ю.

ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ В.Н. КАРАЗІНА
Факультет хімічний
Семестр 1
Рівень вищої освіти: магістр
Навчальна дисципліна: Сучасні методи хроматографії та електрофорезу
Спеціальність 102 Хімія
Форма навчання: заочна

ЕКЗАМЕНАЦІЙНИЙ БІЛЕТ № 2

1. Теорія макроскопічних постійних у хроматографії. Основні положення теорії. Який параметр використовують як міру розширення хроматографічної зони? Які складові дифузійного розмивання хроматографічної зони вам відомі? Рівняння Ван-Деемтера, Жуковицького та Джонсома. (10 балів)
2. Детектори, що використовують в рідинній хроматографії. Принцип роботи рефрактометричного детектору та фотометричного детектору з світлодіодною матрицею. (10 балів)
3. Основні вузли газового хроматографу та їх функції. Колонки в капілярній газовій хроматографії та вимоги до них. (10 балів)
4. Ізотахорез, принцип та особливості методу. (5 балів)
5. На хроматографічній колонці проводили розділення суміші спиртів та встановили, що час утримання *n*-гептану та *n*-додекану складає 16.9 хв та 28.5 хв відповідно. Сполука А елюється з хроматографічної колонки за 18.0 хв, а В – за 25.6 хв. Розрахуйте індекс Ковача для сполук А та В, якщо «мертвий час» колонки складає 3.0 хв. (4 бали)
Які переваги дає програмування температури в газовій хроматографії? (1 бал)

Затверджено на засіданні кафедри хімічної метрології
Протокол № 6 від 04 грудня 2018 р.

Зав. кафедри _____ проф. Юрченко О.І.
Екзаменатор _____ доц. Коновалова О.Ю.