

ДОПОЛНЕНИЕ

К программе-минимум кандидатского экзамена по специальности

02.00.02. – аналитическая химия

«Методы и приборы для хроматографического анализа»

1. Теоретические основы хроматографии.

1.1 Общие понятия хроматографии. Определение хроматографии. Классификация методов хроматографии. Место хроматографии в ряду других методов анализа органических соединений.

1.2 Хроматографическая колонка. Разделение веществ на колонке в режиме элюентной хроматографии. Аппаратурное оформление процесса газовой и жидкостной хроматографии.

1.3 Теория эквивалентных теоретических тарелок. Диффузионная теория уширения хроматографической полосы.

1.4 Параметры хроматографического пика и хроматограммы. Эффективность колонки, экспериментальное определение эффективности и числа теор. тарелок. Время удерживания. Определение селективности колонки.

2. Колонки и фазы в газовой хроматографии

2.1. Насадочные и капиллярные колонки. Колонки, приготовленные методом микромеханики. Монолитные колонки. Классификация капиллярных колонок. Газоадсорбционные и газожидкостные колонки.

2.2. Характерные порядки эффективности для ГХ колонок. Критерии разделения. Влияние скорости потока газа носителя на эффективность колонки. Неподвижные жидкие фазы для колонок. Полисилоксановые фазы. Фазы для разделения хиральных соединений. Примеры типичных решаемых задач для колонок различных типов.

3. Приборы для газовой хроматографии

3.1. Техника газовой хроматографии. Ввод пробы в колонку: со сбросом, split/splitless, прямой ввод в колонку. Ввод краном-дозатором, ввод шприцом, инжекторы. Использование различных инжекторов для решения аналитических задач разделения. Характерные значения параметров потоков, температур и давления для инжекторов и колонок.

3.2. Детектирование хроматографического сигнала. Понятие о пороге детектирования, чувствительность и коэффициент чувствительности, линейный динамический диапазон, селективность детектора.

3.3. Пламенно ионизационный детектор, катарометр, детектор по захвату электрона, пламенно-фотометрический детектор, атомно-эмиссионный детектор, масс-спектрометр. Сравнение детекторов. Для каких задач применяются различные детекторы

4. Выбор колонок для газовой хроматографии и проведение процесса разделения

4.1. Выбор неподвижной жидкой фазы или сорбента. Выбор длины колонки и ее диаметра.

4.2. Проведение процесса разделения.. Разделение в изотермическом режиме с программированием температуры. Программирование давления на входе в колонку.

4.3. Двумерная хроматография, способы ее реализации.

4.4. Пробоподготовка в газохроматографическом анализе.

4.5. Качественный и количественный анализ. Идентификация на основе индексов удерживания.

Способы проведения количественного анализа, калибровка.

4.6. Абсолютная калибровка, количественное определение по внутреннему стандарту.

4.7. Влияние величины пробы на эффективность разделения, перегрузка колонки. Разделительные схемы, включающие в себя несколько колонок.

5. Экспрессная газовая хроматография

5.1. Классификация хроматографических методов по скорости разделения. Скоростная хроматография. Способы уменьшения времени разделения в хроматографии.

5.2. Скоростная хроматография на капиллярных и насадочных колонках.

5.3. Требования к детекторам, инжекторам и электронным компонентам для скоростной хроматографии.

5.4. Поликапиллярные колонки и их скоростные возможности.

6. Основы органической хромато-масс-спектрометрии

6.1. Ионизация электронным ударом. Потенциал ионизации, потенциал появления. Молекулярный ион. Фрагментация. Первичные потери, дочерние и родительские ионы, перегруппировки. Образование масс-спектров.

6.2. Химическая ионизации. Газы реактанты для химической ионизации. Зависимость вида спектра от природы реактанта.

6.3. Ионные источники для химической ионизации и электронного удара.

6.4. Высокое и низкое разрешение в масс-спектрометрии

6.5. Идентификация веществ по масс-спектрам. Поисковые системы.

7. Неподвижные и подвижные фазы для ВЭЖХ

7.1. Типы и классификация адсорбентов. Методы синтеза важнейших адсорбентов и их свойства. Сравнение обращенных фаз.

7.2. Состав подвижной фазы для обращенно-фазовой ВЭЖХ. Элюотропный ряд органических растворителей.

7.3. Состав подвижной фазы и селективность.

7.4. Ион-парная ВЭЖХ.

7.5. Нормально фазовая и обращено-фазовая ВЭЖХ.

7.6. Гидрофильная ВЭЖХ.

7.7. ВЭЖХ ионов.

8. Аппаратура для ВЭЖХ

8.1. Современный аналитический хроматограф и устройство его основных узлов.

Автоматизация хроматографического анализа. Хроматографы для сверхбыстрых и сверхэффективных разделений.

8.2. Типы детекторов в ЖХ, их возможности и недостатки. УФ-детектирование. Материальный баланс в хроматографии. Принципы многоканального детектирования в ВЭЖХ. Чистота (гомогенность) хроматографического пика.

8.3. Пред- и постколоночная дериватизация. Прямое и косвенное детектирование. Основные методические приемы при работе с микрообъемами (фильтрование, упаривание, перемешивание и т.д.).

8.4. Твердофазная экстракция.

8.5. Подготовка образцов для ВЭЖХ.

ЛИТЕРАТУРА

Газовая хроматография

1. Ж.Гишон, К.Гийемен. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля. Том 1,2. / М., "Мир". 1991
2. Б.А Руденко, Г.И.Руденко. Высокоэффективные хроматографические процессы. Том 1. / М. "Наука". 2003.
3. В.Л.Саленко, Т.Д.Федотова Хроматография. Основы метода и его разновидности. Учебник НГУ (учебное пособие). / Новосибирск, изд. НГУ. 2001.
4. В.Г.Березкин. Что такое хроматография? / М., "Наука". 2003.
5. А.Т.Лебедев. Масс-спектрометрия в органической химии. / М., изд. "Бином". 2003.
6. Я.И.Яшин, Е.Я.Яшин, А.Я.Яшин. Газовая Хроматография. / М., изд. "Транслит". 2009.

Жидкостная хроматография

7. Спутник хроматографиста. / Под. ред. В.Ф.Селеменова. Воронеж. "Водолей". 2004. 528 стр.
8. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы. Том 2. Процессы с конденсированными подвижными фазами. / М., "Наука", 2003. 288 стр.
9. Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа. Методическое пособие для специального курса. / М., изд. МГУ. 2007. 109 стр.
10. www.chem.msu.su/rus/teaching/analyt/chrom/part1.pdf.
11. Барам Г.И. Развитие метода микроколоночной высокоэффективной жидкостной хроматографии и его применение для исследования объектов окружающей среды. // В кн. "100 лет хроматографии", (ред. Руденко Б.А.), Москва, Наука, 2003, С.32-60.

Составил:

Д.х.н., профессор

В.Н. Сидельников