

8. Вопросы

1. Дайте определение хроматографии.
2. Какие особенности хроматографии позволяют достичь лучшего разделения веществ с близкими свойствами по сравнению с другими методами разделения.
3. Перечислите способы получения хроматограмм. Что используется в качестве элюентов в каждом из способов?
4. Как можно осуществлять идентификацию определяемых соединений в смеси после их хроматографического разделения?
5. Что такое индексы удерживания? Какие системы индексов удерживания используют в хроматографии (преимущественно в газовой)?
6. Перечислите способы количественного анализа в хроматографии. Сравните их между собой.
7. Перечислите основные положения концепции теоретических тарелок. В чем ее недостатки?
8. Как оценивают эффективность хроматографической колонки? Как величина эффективности отражается на форме хроматографического пика?
9. Какая из теорий хроматографии дает основу для оптимизации эффективности хроматографической колонки?
10. Какие типы колонок используют в хроматографии? Сравните их между собой.
11. Как зависит высота, эквивалентная теоретической тарелке, от скорости потока подвижной фазы: а) для насадочных (набивных) колонок и капиллярных колонок в газовой хроматографии; б) для насадочных колонок в газовой и жидкостной хроматографии?
12. Как влияет форма изотермы сорбции на форму хроматографического пика?
13. Какая величина используется в хроматографии для оптимизации условий хроматографического разделения?
14. От каких факторов зависит величина разрешения?
15. Какие варианты газовой хроматографии вы знаете? Сравните их возможности, укажите область применения.
16. В чем преимущества капиллярной газовой хроматографии? Чем они определяются?
17. Сравните два режима разделения в газовой хроматографии – изотермический и программирование температуры.
18. Перечислите детекторы в газовой хроматографии.
19. На чем основано получение сигнала при использовании катарометра? Почему в этом случае теплопроводность газа-носителя должна быть как можно большей?

20. Какой газ-носитель следует выбрать при использовании катарометра: а) для определения низких концентраций метана, окиси углерода или кислорода; б) водорода?
21. На чем основано получение сигнала при использовании ионизационных детекторов? Сравните принцип работы пламенно-ионизационного детектора и детектора электронного захвата.
22. Объясните принцип работы фотоионизационного детектора в газовой хроматографии. В чем его достоинства?
23. Перечислите преимущества масс-спектрометрического детектора. Объясните принцип его работы.
24. С какой целью в газовой хроматографии используют системы с двумя последовательно соединенными детекторами? По какому принципу эти детекторы выбирают?
25. Что такое – реакционная газовая хроматография? Какие Вы знаете варианты метода? В чем преимущества и недостатки реакционной газовой хроматографии?
26. Какие аналитические задачи позволяет решать метод газовой хроматографии?
27. Можно ли определять неорганические соединения с использованием газовой хроматографии? Какие варианты метода используют для этого?
28. Перечислите особенности и преимущества высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Какие варианты метода используют в аналитической практике?
29. Какие сорбенты используют в ВЭЖХ? Каким требованиям они должны отвечать?
30. Почему наиболее популярные сорбенты в ВЭЖХ – силикагель и, особенно, модифицированные силикагели? Как проводят модификацию силикагеля?
31. Перечислите требования к подвижной фазе в ВЭЖХ.
32. Чем определяется элюирующая способность подвижной фазы в жидкостной хроматографии?
33. Как подбирают состав подвижной фазы в жидкостной хроматографии?
34. Что такое градиентный режим элюирования? Какими преимуществами он обладает по сравнению с изократическим элюированием?
35. Как влияет температура на эффективность и селективность разделения в жидкостной хроматографии?
36. Сравните два варианта адсорбционной ВЭЖХ – нормально-фазовой и обращенно-фазовой.
37. Какие модели можно использовать для описания механизма разделения веществ в нормально-фазовой хроматографии?

38. Какими закономерностями описывается удерживание веществ в обращенно-фазовой ВЭЖХ?
39. Что такое – ион-парная обращенно-фазовая ВЭЖХ? Какие неподвижные и подвижные фазы используют в данном варианте хроматографии?
40. Как повысить (понизить) элюирующую способность подвижной фазы в нормально-фазовой, обращенно-фазовой и ион-парной хроматографии?
41. Перечислите основные детекторы, которые используют в ВЭЖХ.
42. Сравните принцип работы и возможности применения спектрофотометрического и флуориметрического детекторов в ВЭЖХ.
43. Какие вещества можно определять при использовании амперометрического детектора? На чем основано получение сигнала при использовании этого детектора?
44. Дайте определение ионной хроматографии.
45. Требования к ионообменникам в ионной хроматографии. Как их синтезируют?
46. Как проводят разделение анионов (катионов) двухколоночной ионной хроматографией? В чем состоит роль подавляющей колонки (системы)?
47. Перечислите достоинства и недостатки планарной (тонкослойной) хроматографии (ТСХ).
48. Перечислите варианты элюирования компонентов в ТСХ.
49. Какие Вы знаете способы идентификации веществ в ТСХ.
50. Какие приемы используют для количественного определения компонентов в тонкослойной хроматографии?
51. Как можно повысить эффективность разделения компонентов в планарной (тонкослойной хроматографии).
52. На чем основано разделение веществ в методе капиллярного электрофореза (КЭ).
53. Какие варианты капиллярного электрофореза Вы знаете? Чем определяется время миграции веществ в КЭ?
54. В чем причина возникновения электроосмотического потока (ЭОП)? Какие факторы влияют на его направление и величину?
55. Укажите направление движения ЭОП, катионов и анионов в немодифицированном кварцевом капилляре при приложении напряжения.
56. Как можно обратить ОЭП? Для чего используют этот прием в КЭ?
57. Укажите направление движения ЭОП, катионов, анионов в модифицированном капилляре при приложении напряжения. Нарисуйте общий вид электрофореграммы.

Билеты для сдачи экзамена по спецкурсу «Хроматографические методы анализа»

Билет 1

1. Определение хроматографии. Особенности метода. Способы получения хроматограмм. Связь хроматографических параметров удерживания с коэффициентом распределения. Идентификация и количественный анализ хроматографическими методами.
2. Ионообменная хроматография. Ионообменное равновесие. Ионная хроматография. Сорбенты. Подвижные фазы.
3. Анализ различных классов органических соединений газовой хроматографией.

Билет 2

1. Классификация хроматографических методов. Поведение вещества на хроматографической колонке. Внутренняя и внешняя хроматограммы. Способы получения хроматограмм.
2. Ионообменники, их особенности и получение. Кинетика ионного обмена, ее связь с физико-химическими свойствами ионообменников разных типов. Ионообменники для высокоэффективной хроматографии, их особенности.
3. Применение различных видов хроматографии в анализе лекарственных соединений.

Билет 3

1. Общая теория хроматографического разделения. Разрешение хроматографических пиков. Связь разрешения с эффективностью и селективностью. 4σ - и 6σ -разделение.
2. Молекулярная (адсорбционная) хроматография. Нормально- и обращенно-фазовая хроматография. Роль подвижной фазы. Элюирующая сила. Закономерности удерживания.
3. Применение различных видов хроматографии в анализе неорганических соединений.

Билет 4

1. Размывание хроматографических пиков. Линейная равновесная хроматография. Основные положения концепции теоретических тарелок. Недостатки теории теоретических тарелок. Влияние формы изотермы сорбции на размывание хроматографической полосы.
2. Газовая хроматография. Варианты метода. Аппаратурное оформление метода. Колонки. Детекторы. Программирование температуры.
3. Подход к выбору хроматографического метода в зависимости от природы анализируемого объекта.

Билет 5

1. Размывание хроматографического пика. Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон. Эффективность колонки, ее характеристики.
2. Нормально-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография. Основные представления о механизме удерживания. Сорбенты. Подвижные фазы. Аппаратурное оформление. Области применения.
3. Реакционная газовая хроматография.

Билет 6

1. Неподвижные фазы в газовой хроматографии. Их классификация. Модифицированные сорбенты. Высокоэффективная капиллярная хроматография.
2. Токослойная и бумажная хроматография. Теоретические основы методов. Величина R_f , факторы, влияющие на нее. Техника получения хроматограмм. Методы качественного и количественного анализа.
3. Анализ органических соединений методом жидкостной хроматографии.

Билет 7

1. Неподвижные фазы в жидкостной хроматографии. Требования к неподвижной фазе. Силикагель и его модифицирование. Роль подвижной фазы. Варианты жидкостной хроматографии.
2. Идентификация веществ в газовой хроматографии. Индексы удерживания. Требования к анализируемым веществам в газовой хроматографии. Реакционная газовая хроматография.
3. Использование хроматографии в анализе вод.

Билет 8

1. Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон. Пути повышения эффективности хроматографической колонки.
2. Обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография. Основные представления о механизме удерживания. Сорбенты. Подвижные фазы. Аппаратурное оформление. Области применения.
3. Сравнение методов ВЭЖХ, капиллярной газовой и сверхкритической флюидной хроматографии.

Билет 9

1. Общая теория хроматографического разделения. Разрешение хроматографических пиков. Связь разрешения с эффективностью и селективностью. 4σ - и 6σ -разделение.
2. Основные принципы электросепарационных разделений. Варианты электросепарационных методов. Электроосмотический поток, факторы, влияющие на него. Электрофоретическая подвижность ионов, факторы, влияющие на нее. Преимущества электросепарационных методов.
3. Подход к выбору хроматографического метода в зависимости от природы анализируемого объекта.

Билет 10

1. Селективность и эффективность хроматографического разделения. Их связь с величиной разрешения. Оптимизация хроматографического разделения.
2. Ионная хроматография. Варианты ионной хроматографии. Сродство ионов к ионообменникам. Элюенты, их состав и элюирующая способность. Аппаратурное оформление метода. Условия определения анионов и катионов.
3. Разделение органических соединений методами капиллярной газовой и высокоэффективной жидкостной хроматографии.