

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение
«Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

Химический факультет
Кафедра органической химии

Хроматографические методы анализа объектов окружающей среды

Руководство по изучению электронного курса

Руководитель ИОНЦ

Дата

Екатеринбург

2008

I. Введение

Уникальная способность атома углерода к образованию прочных химических связей с элементами I-II периодов является основным фактором, благодаря которому становится возможным существование огромного количества различных типов органических молекул. В зависимости от типа углеродной цепи, наличия тех или иных функциональных групп, органические соединения относят к определённым классам. Каждый класс органических соединений обладает некоторыми специфическими свойствами, присущими именно этому классу. Например, амины отличаются от амидов большей на несколько порядков основностью, благодаря тому, что пара электронов атома азота в амидах, определяющая его основность, участвует в образовании сопряжённой системы; альдегиды обладают более низкой температурой кипения, чем соответствующие карбоновые кислоты, вследствие образования последними относительно устойчивых димеров; *пара*-изомеры бензоидных ароматических соединений как правило обладают более высокими температурами плавления и кипения, чем *орто*-изомеры, благодаря более сильному ван-дер-ваальсовому взаимодействию.

Когда требуется определить, к какому классу относится данное соединение, без определения особенностей его строения, то для этого достаточно провести анализ на функциональные группы. Однако, чаще всего, приходится сталкиваться с ситуациями, когда требуется определить точный состав анализируемого объекта или наличие в нём определённого вещества. Для решения таких задач используют физико-химические (инструментальные) методы, позволяющие определить в исследуемом объекте практически любое органическое соединение.

Хроматографические методы очень широко используются в анализе органических объектов, т. к. они позволяют разделять исключительно сложные многокомпонентные смеси. Хроматографический анализ в сочетании с масс-, ЯМР- или ИК-спектрометрическим определением даёт возможность за короткое время качественно и количественно проанализировать состав образца.

Курс состоит из 1 вводного занятия и 5 лабораторных работ, на которых студенты на практике знакомятся с различными подходами к анализу сложных объектов методом газо-жидкостной хроматографии.

II. Содержание курса

Хроматографические методы

Классификация хроматографических методов

По агрегатному состоянию фаз

Газовая хроматография

Жидкостная хроматография

Флюидная хроматография

Полифазная хроматография

По способу перемещения фаз

Проявительная хроматография

Фронтальная хроматография

Вытеснительная хроматография

По аппаратному оформлению процесса

Колоночная хроматография

Плоскостная хроматография

По механизму взаимодействия сорбента и сорбата

Распределительная хроматография

Ионообменная хроматография

Адсорбционная хроматография

Эксклюзионная хроматография

Аффинная хроматография

Осадочная хроматография

Адсорбционно-комплексообразовательная хроматография

Динамическая модель колоночной хроматографии

Динамическая модель плоскостной (бумажной) хроматографии

Масс-спектрометрия

Типы регистрируемых ионов

Молекулярные ионы

Осколочные ионы

Метастабильные ионы

Многозарядные ионы

Масс-спектрометрические правила

«Азотное правило»

«Чётно-электронное правило»

Правило Стивенсона-Одье

Затруднённый разрыв связей, принадлежащих к ненасыщенным системам

Основные типы распада органических соединений под ЭУ

При простом разрыве связей

Тип. А-1. Отщепление алкильного радикала

Тип А-2. Выброс олефина из алкильного иона

Тип А-3. Аллильный разрыв

Тип А-4. Бензильный разрыв

Тип А-5. Образование алкильных ионов при выбросе неалкильного радикала

Тип Б. Образование ониевых ионов (β -разрыв)

Тип Б-1. Образование ацильных ионов (α -разрыв)

Тип В. Выброс нейтральной молекулы при простом разрыве двух связей

Тип В-1. Ретродиеновый распад (ретрореакция Дильса-Альдера)

Тип В-2. Распад с выбросом частиц карбенового типа

При перегруппировках

Тип Н-1. Миграция Н-атомов через четырёхчленное переходное состояние

Тип Н-2. Миграция Н-атомов через шестичленное переходное состояние

Тип Н-3. Выброс нейтральной молекулы НХ при участии Н-атомов из различных положений

Тип Н-4. Выброс молекулы или радикала НХ за счёт «орто-эффекта»

Тип Н-5. Миграция Н-атома в циклических соединениях после первичного замыкания цикла

Скелетные перегруппировки

Тип С-1. Миграция к катионному центру с выбросом нейтральной молекулы

Тип С-2. Миграция к катионному центру на гетероатоме с выбросом нейтральной молекулы

Тип С-3. Согласованная перегруппировка в катион-радикале с выбросом нейтральной молекулы

Тип С-4. Скелетные перегруппировки с элиминированием радикалов или карбенов

Тип С-5. 1,2-Миграция алкильных и арильных групп к С-атому

Тип С-6. 1,2-Миграция алкильных и арильных групп к гетероатому

Тип С-7. Электроциклические квазитермические перегруппировки

Тип С-8. Скелетные перегруппировки как следствие анхимерного содействия

Вопросы и задачи

Вопросы по масс-спектрометрии

Задачи по спектроскопии ЯМР

Вопросы по спектроскопии ЯМР

Вопросы по ИК-спектроскопии

Справочник

Сигналы растворителей в спектрах ЯМР

Химические сдвиги протонов дизамещённой метиленовой группы

Резонансные частоты некоторых магнитных ядер

Справочные данные

Количественные характеристики методики определения гербицидов на основе феноксиуксусных кислот и бентазона после экстракции, дериватизации и КГХ/МС;

Массовые числа (m/z) ионов для качественного анализа и количественного определения веществ средней летучести;

Массовые числа (m/z) ионов, используемых для количественного определения и качественного идентификации соединений, с типичными пределами детектирования при анализе по схеме ПЛ/ГХ/МС;

Некоторые характеристики процедуры определения галогенированных пестицидов, ПХБ, ПББ и эфиров фосфорной кислоты;

Параметры для анализа триазинов в режиме селективного детектирования ионов;

Параметры для селективного детектирования гербицидов на основе феноксиуксусных кислот и бентазона;

Параметры определения анилинов в режиме селективного детектирования ионов;

Перечень важнейших летучих загрязнителей воды;

Перечень относительно малолетучих соединений, определяемых методом ЕРА 252 и 625;

Уровни выхода и пределы детектирования для анализов методом ТФЭ/ГХ/МС фенольных соединений, анализируемых в виде ацетатов;

Характеристики общеупотребительных газохроматографических детекторов;

Растворимость некоторых полимеров в разных растворителях;

Характеристика методов отбора проб;

Характеристика газохроматографического метода анализа в применении к определению микропримесей вредных веществ в воздухе;

Соотношение между естественным и промышленным происхождением некоторых компонентов;

Некоторые типы детекторов для определения функциональных групп;

Некоторые особенности анализа примесей методом газовой хроматографии;

Методы концентрирования примесей из воздуха;

Соотношение между естественным и промышленным происхождением некоторых компонентов;

Аэрозольная и газообразная фракции инсектицидов в воздухе.

Распределение часов курса по темам и видам работ

№ п/п	Тема, раздел	Учебный план, часов			
		Аудиторные занятия		Самостоятельная работа	Итого по темам
		лекции	практические		
1	Вводное занятие	4		2	6
2	Лабораторная работа 1		4	2	6
3	Лабораторная работа 2		12	2	14
4	Лабораторная работа 3		12	2	14
5	Лабораторная работа 4		4	2	6
6	Лабораторная работа 5		4	2	6
	Всего	4	36	12	52

Форма итогового контроля

Зачёт 8 семестр

Учебно-методическое обеспечение курса

Рекомендуемая литература (основная)

1. Сакодынский К. И., Бражников В. В., Волков С. А., Зельвенский В. Ю., Ганкина Э. С., Шатц В. Д. Аналитическая хроматография. М., «Химия», 1993, 463 с.
2. Рудаков О. Б., Востров И. А., Фёдоров С. В., Филиппов А. А., Селеменв В. Ф., Приданцев А. А. Спутник хроматографиста. Воронеж, «Водолей», 2004, 528 с.
3. Краснов Е. А., Березовская Т. П., Алексеюк Н. В., Белоусова Н. И., Демиденко Л. А., Дудко В. В., Дмитрук С. Е., Калинкина Г. И., Романова Г. А. Выделение и анализ природных биологически активных веществ. Томск: Изд-во Том. ун-та., 1987, 184 с.
4. Сониясси Р., Сандра П., Шлетт К. Анализ воды: органические микропримеси. Практическое руководство. Пер. с англ. Под ред. д.х.н., проф. Исидорова В. А., СПб: Изд-во «Теза», 2000, 248 с.
5. Другов Ю. С., Березкин В. Г. Газохроматографический анализ загрязненного воздуха, М.: «Химия», 1981, 128 с.
6. Рудаков О. Б., Востров И. А., Федоров С. В., Филиппов А. А., Селеменев В. Ф., Приданцев А. А. Спутник хроматографиста, Воронеж: Изд-во «водолей», 2004, 528 с.