

УЧЕБНЫЙ ПЛАН повышения квалификации

"Физико-химические методы анализа. Метод ионной хроматографии: теория и практика"

Цель:

Познакомить слушателей с теоретическими основами и практическими аспектами ионной хроматографии, в ходе практических занятий закрепить навык работы с оборудованием и программным обеспечением. Изложить принципы поиска неисправностей и способы их устранения.

Категория слушателей:

Инженеры, химики и другие заинтересованные специалисты, текущие и будущие пользователи ионных хроматографов компании Dionex (часть Thermo Scientific).

Срок обучения: 36 академ. часов

Форма обучения: очная.

Режим занятий: 8 академ. час/день

№ п/п	Наименование разделов и тем	В том числе:			Формы контроля
		Всего часов	Лекции	Практи- ческие занятия	
1.	Теоретические основы хроматографии и особенности ионной хроматографии.	4	4		опрос
2.	Неподвижные фазы в ионной хроматографии.	2	2		
3.	Детектирование в Ионной хроматографии.	2	2		
4.	Устройство ионохроматографической системы.	4	4		опрос
5.	Сбор и обработка хроматографических данных в программном обеспечении.	8	2	6	
6.	Надлежащая лабораторная практика.	8	2	6	опрос
7.	Основные трудности при эксплуатации ионного хроматографа и способы их устранения.	6	2	4	
8.	Итоговый контроль знаний - зачет	2			Тестирование
	Итого часов: 36 (Тридцать шесть) часов	36	18	16	

УЧЕБНАЯ ПРОГРАММА повышения квалификации

"Физико-химические методы анализа. Метод ионной хроматографии: теория и практика"

Введение

Исторический экскурс. Современное состояние хроматографии. Тенденции в технологии сорбентов и конструкции хроматографов. Введение в курс.

Тема 1. Теоретические основы хроматографии и особенности ионной хроматографии

Классификация хроматографических методов. Основные понятия. Теория равновесной хроматографии. Размывание хроматографических пиков и их разрешение. Уравнение Ван-Деемтера. Общие подходы к оптимизации процесса хроматографического разделения веществ. Особенности ионной хроматографии (ИХ). Ионный обмен и другие механизмы разделения в ионной хроматографии. Параметры, определяющие удерживание. Элюенты в ионной хроматографии.

Тема 2. Неподвижные фазы в ионной хроматографии

Хроматографические сорбенты. Строение и свойства ионообменников. Ионообменная емкость. Градиентное и изократическое разделение. Элюоторопные ряды. Влияние температуры, pH и состава элюента на разделение.

Тема 3. Детектирование в ИХ

Шум, дрейф, чувствительность и линейный диапазон детектора.

Принцип работы кондуктометрического детектора, принцип работы электрохимического детектора. Подавление фоновой электропроводности при кондуктометрическом детектировании. Виды и конструктивные особенности подавителей. Области применения кондуктометрического детектирования в ИХ.

Зарядовый детектор. Области применения в ИХ.

Электрохимическое детектирование. Переменно токовый и постоянно токовый режимы, форма волны. Области применения в ИХ. Выбор оптимального электрода для конкретной аналитической задачи.

Спектрофотометрия. Закон Ламберта-Бугера-Бееера. Оптическая схема с/ф детектора. Косвенное детектирование. Масс-селективное детектирование. Области применения в ИХ. (по требованию слушателей)

Тема 4. Устройство ионохроматографической системы

Насосы в ионной хроматографии, конструктивные особенности и применение.

Инжектор. Способы ввода проб в инжектор. Автосамплеры. Пробоподготовка с помощью автосамплеров.

Термостат колонок. Назначение и влияние на хроматографию.

Кондуктометрический детектор.

Подавители. Режимы регенерации.

Генераторы элюента, конструктивные особенности и применение.

Колонки-ловушки и их назначение.

Тема 5. Программное обеспечение

Основной функционал программного обеспечения:

- Управление хроматографом
- Сбор и обработка данных (Качественный и количественный анализ и градуировка)
- Отчет
- Архивное хранение данных
- Оптимизация хроматографического разделения с помощью опции «Виртуальная колонка»

ПО Chromeleon 6.x:

- конфигурация хроматографа в ПО
- назначение и создание программы «prgm»,
- назначение и создание метода «qnt»,
- назначение и создание последовательности «seq»
- проверка и запуск последовательности,

- генерация и сохранение /печать отчета «rdf»

ПО Chromeleon 7.x:

- конфигурация хроматографа
- пользовательский интерфейс: консоль и студия
- инструменты детектирования пиков
- назначение и создание инструментального метода,
- назначение и создание расчетного метода,
- создание последовательности
- запуск последовательностей,
- генерация отчета.

Отличие версий 6.x и 7.x. Перенос данных из 6.x в 7.x.

Тема 6. Надлежащая лабораторная практика. Лекции и практические занятия

Принципы надлежащей лабораторной практики в части работы методом ионной хроматографии:

- Диапазон ожидаемых концентраций и выбор метода ввода и подготовки пробы. Особенности определения следовых концентраций.
- Отбор и подготовка проб к ионохроматографическому анализу.
- Правила эксплуатации и подготовка хроматографа к работе.
- Рабочий журнал событий
- Профилактические действия
- Планирование ЗиП.
- Подготовка и проведение поверки.
- Консервация и реанимация хроматографа.

Тема 7. Основные трудности при эксплуатации ионного хроматографа и способы их устранения. Практические занятия

Диагностика состояния и неисправностей:

- Принципы поиска неисправности.
- Основные параметры, на которые следует обращать внимание.
- Методические и приборные проблемы.

Действия по устранению неисправностей:

- Поиск и устранение течи
- Замены капилляров, фитингов, ферул
- Замены фритов
- Замены комплектующих (колонок, подавителей, картриджей и т.п.)
- Замены в головках насоса (опционально)
- Переборка инжекционного крана (опционально)

Поверка ионного хроматографа. Валидация ИХ систем.

Практические занятия проводим следующим образом:

Разделение группы на две подгруппы для работы на хроматографах.

Группа 1 готовит хроматограф к работе для анализа анионов, запускает прибор, выводит его на режим, строит градуировочную зависимость по трем точкам. Далее производится проверка результата по одному из стандартов.

Группа 2 готовит хроматограф к работе для анализа катионов, запускает прибор, выводит его на режим, строит градуировочную зависимость по трем точкам. Далее производится проверка результата по одному из стандартов.

Поиск неисправностей. Для обеих групп заранее будут внесены искусственные неисправности преподавателем. Поиск и устранение неисправностей на этапе вывода на режим и проверка градуировочной зависимости. Обсуждение результатов.

Тема 8. Зачет

Зачет в форме письменного теста.

Обсуждение результатов, обмен мнениями и опытом.

Подведение итогов.

Список литературы для самостоятельного изучения*

№№	Литература	что конкретно прочесть
1	Основы аналитической химии. В 2-х томах. Под ред. Ю.А.Золотова. 5-е издание, 2012.	Том 1, глава 8. Хроматографические методы. (~ 60 страниц)
2	Ионная Хроматография. Ю.А. Золотов, О.А. Шпигун, изд. МГУ, 1991	целиком
3	Ионная Хроматография. Дж. Фритц. (J.S. Fritz) Пер. с англ. 1984	выборочно
4	Ion Chromatography (Ионная Хроматография), J. Weiss (Й. Вайс), (на англ. яз), 1995 (2nd ed.).	
5	Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза. Бёккер Ю. Мир Химии, Пер. с англ. 2008	Глава 6. Ионная хроматография (не очень качественный перевод).
6	Жидкостная хроматография. Хенке Х. Пер. с англ. 2009	выборочно
7	Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография. Стыскин Е.Л. и др. Москва 1986.	выборочно
8	Практическое руководство по жидкостной хроматографии. Сычев К.С. Мир химии 2010.	выборочно

Прочитать руководство по эксплуатации на Вашу хроматографическую систему.

Для действующих пользователей хроматографов Dionex настоятельно рекомендуем перечитать руководства на Ваше оборудование и ПО (прочитать целиком)

- Руководство по работе с ПО Хромелеон 6.8
- Краткое руководство по работе с ПО Хромелеон 7
- Ионная хроматографическая система ICS 2100 руководство по эксплуатации
- Ионная хроматографическая система ICS 1600 руководство по эксплуатации
- и т.д

*** Ваша готовность к началу курса важна для достижения эффективности обучения. Прошу Вас найти рекомендованную литературу (1-2-х книг из списка достаточно) и прочесть до начала курса** (заранее сообщаем, что в электронном виде этой литературы ни у нас, ни в интернете нет).

Программа лекций и практических занятий подготовлена совместно со специалистами компании «Абакус Аналитические Системы ГмбХ». Ответственный: Зам. Главы Представительства Abacus GmbH Рыбакова Е.В.