

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ООО «ЕСА Сервис»

Шуваев И.В.



20 апреля 2020 г.

Дополнительная образовательная программа  
повышения квалификации  
«Избранные главы и практические аспекты  
газохроматографического анализа»

Санкт-Петербург

2020 г.

## 1. Введение

1.1. Дополнительная профессиональная программа повышения квалификации «Избранные главы и практические аспекты газохроматографического анализа» разработана с целью осуществления образовательной деятельности, направленной на совершенствование компетенций, необходимых для профессиональной деятельности, и повышения профессионального уровня в рамках имеющейся квалификации.

1.2. Программа разработана с учетом требований Федерального закона Российской Федерации от 29.12.2012 № 273-ФЗ «Об образовании в Российской Федерации», Приказа Министерства образования и науки Российской Федерации от 01.07.2013 № 499 «Об утверждении порядка организации и осуществления образовательной деятельности по дополнительным профессиональным программам», требований Единого квалификационного справочника должностей руководителей, специалистов и служащих (утвержденного постановлением Минтруда Российской Федерации от 21 августа 1998 г. № 37, с изм. на 27.03.2018), предъявляемых к должностям инженера-лаборанта, лаборанта и аналитика (введено Приказом Минздравсоцразвития России от 29.04.2008 N 200); требований Федерального закона "Об аккредитации в национальной системе аккредитации" от 28.12.2013 N 412-ФЗ.

1.3. Введена в действие приказом 20-008-G от 20.04.2020.

1.4. Введена впервые.

## 2. Описание программы

### 2.1. Цель реализации образовательной программы

Целью реализации программы повышения квалификации является повышение профессиональной подготовки обучающегося в рамках имеющейся квалификации с целью осуществления деятельности по выполнению измерений методом газовой хроматографии.

### 2.2. Планируемые результаты обучения:

- освоение, обновление, систематизация и углубление знаний по теоретическим основам и практике реализации газохроматографического анализа;
- получение знаний о современных подходах к подготовке проб и улучшению рабочих характеристик оборудования за счет использования современных разработок в области расходных материалов для газовой хроматографии;
- владение навыками использования современного оборудования при проведении анализа, а также навыками диагностики состояния и первичного сервисного обслуживания газохроматографических приборов и вспомогательного оборудования;
- получение знаний по правильной организации статистической обработки и контроля правильности результатов измерений.

В результате пройденного обучения обучающийся должен приобрести или усовершенствовать следующий **перечень профессиональных компетенций**:

- планировать и выполнять измерения методом газовой хроматографии, включая умение устанавливать хроматографический метод в соответствии с используемым методическим документом, используя полученные теоретические знания и практические навыки (К-1);
- разрабатывать / модифицировать имеющуюся процедуру подготовки проб с использованием современных подходов и техник (К-2);
- уметь правильно эксплуатировать оборудование для газовой хроматографии, а также обладать навыками первичного сервисного обслуживания (К-3);
- знать актуальный ассортимент расходных материалов ведущих мировых производителей для оптимизации и наиболее эффективного решения стоящих хроматографических задач (К-4);
- уметь проводить метрологическую оценку и контроль правильности получаемых результатов измерений (К-5).

**Знания, умения и навыки, осваиваемые обучающимися**, в ходе прохождения данной образовательной программы повышения квалификации.

**обучающийся должен знать:**

- принципиальную схему, основные узлы и характеристики газохроматографического оборудования;
- подходы к подготовке проб в зависимости от объекта исследования и вида выполняемого анализа;
- критерии выбора основных расходных материалов для выполнения газохроматографического анализа;
- принципы правильной эксплуатации газохроматографического оборудования и вспомогательного оборудования;
- методы обработки хроматографических данных;
- основы метрологии хроматографического анализа.

**обучающийся должен уметь:**

- выбирать методику хроматографического анализа;
- планировать хроматографический анализ;
- трактовать полученные в ходе анализа экспериментальные данные;
- проводить текущее обслуживание используемого хроматографического оборудования;
- выполнять диагностику состояния хроматографического оборудования.

### 2.3. Категория слушателей

Обучение по данной программе предназначено для специалистов с высшим и средним специальным образованием в области аналитической химии, экологии и смежных областях. Слушатели должны владеть техникой выполнения аналитического и физико-химического эксперимента, иметь навыки работы на персональном компьютере.

### 2.4. Форма, режим обучения, учебный график

Нормативная трудоемкость обучения по данной программе — 32 часа.

Форма обучения — очная. Обучение проводится индивидуально или в группах до 5 человек.

Режим обучения — будние дни (5 дней).

Продолжительность обучения измеряется в академических часах (ак. час).

Через каждые 2 ак. часа для слушателей организуется перерыв продолжительностью 10 мин.

При продолжительности обучения в день — более 5 ак. часов, для слушателей организуется перерыв продолжительностью 60 мин.

Начало занятий и расписание устанавливается по мере поступления заявок и (или) комплектования групп в течение всего календарного года.

### Учебный график

Период	Продолжительность обучения, ак. час
1 день	8
2 день	7
3 день	7
4 день	6
5 день	4

### 3. Содержание программы

#### 3.1. Объем учебной работы

4. Очная форма обучения			
Общая продолжительность занятий, ак. час	Лекции, ак. час	Практические занятия (лабораторные работы), ак. час	Итоговая аттестация, ак. час
32	26	4	2

#### 3.2 Учебный план

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Всего, ак. час	В том числе		
			Лекции, ак. час	Практические (лабораторные) занятия, ак. час	Формы контроля, ак. час
1	Введение. Теоретические основы хроматографических процессов	2	2		
2	Практическая газовая хроматография. Обо-	6	6		

	рудование.				
3	Практическая газовая хроматография. Способы подготовки пробы.	3	2	1	
4	Колонки и расходные материалы для газовой хроматографии.	2	2		
5	Качественный и количественный анализ в методе газовой хроматографии.	3	2	1	
6	Количественный анализ в методе газовой хроматографии. Метрологическая обработка результатов.	2	2		
7	Техническое обслуживание хроматографов. Выявление и устранение неисправностей.	6	4	2	
8	Газовая хроматография. Прикладные аспекты.	4	4		
9	Нормативные требования к лаборатории. Вопросы аккредитации.	2	2		
10	Итоговая аттестация (зачёт)	2			2
	Итого	32			

### 3.3. Учебно-тематический план

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплины
1	Введение. Теоретические основы хроматографических процессов.	Процесс разделения веществ в хроматографической колонке. Классификация хроматографических процессов. Термины и понятия в хроматографии. Обработка хроматограмм.
2	Практическая газовая хроматография. Оборудование.	Основные узлы ГХ систем, принципы работы. Устройства для ввода пробы, термостаты, виды детекторов.  Газы и вспомогательное оборудование

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплины
		для подготовки газов. Газовые коммуникации и их обслуживание. Газовые схемы.
3	Практическая газовая хроматография. Способы подготовки пробы.	Способы и этапы подготовки проб. Требования к пробе. Расходные материалы и оборудование для подготовки проб.
4	Колонки и расходные материалы для газовой хроматографии.	Виды, параметры и сорбенты колонок для газовой хроматографии. Обслуживание колонок. Шприцы. Подбор расходных материалов под типовые задачи газовой хроматографии.
5	Качественный и количественный анализ в методе газовой хроматографии.	Регистрация и обработка хроматограмм. Способы идентификации и количественного расчёта. Возможности программного обеспечения.
6	Количественный анализ в методе газовой хроматографии. Метрологическая обработка результатов.	Нормативные документы. Прямые многократные измерения. Термины и определения. Алгоритм обработки результатов измерений. Оценка неопределенности результатов прямых многократных измерений. Обеспечение единства измерений. Межповерочные и межкалибровочные интервалы. Национальные стандарты.
7	Техническое обслуживание хроматографов. Выявление и устранение неисправностей.	Общая оценка состояния. Текущее и повседневное обслуживание. Замена основных расходных материалов. Рекомендации по эксплуатации, признаки типичных неисправностей. Устранение основных видов неисправностей: <ul style="list-style-type: none"> <li>– неисправности, связанные с неправильной эксплуатацией газового оборудования;</li> <li>– неисправности, связанные с неправильной эксплуатацией колонки;</li> <li>– неисправности, связанные с неправильным вводом пробы;</li> </ul> неисправности, связанные с неправиль-

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплины
		ной эксплуатацией детекторов.
8	Газовая хроматография. Прикладные аспекты.	Нормативные требования, отбор и хранение проб, способы подготовки проб, используемые методики для отраслей: – экологический контроль; контроль безопасности и пищевой ценности продуктов питания.
9	Нормативные требования к лаборатории. Вопросы аккредитации.	Нормативные документы. Прикладные аспекты процедуры аккредитации — разбор показательных примеров.
10	Итоговая аттестация (зачёт).	

#### 4. Форма аттестации и оценочные материалы

По окончании освоения образовательной программы для слушателей, прошедших обучение по программе в полном объеме, выполнившим все требования учебного плана, проводится итоговая аттестация для определения степени достижения учебных целей.

Итоговая аттестация проводится в форме письменного тестирования, а также практического задания, в ходе чего проверяется уровень знаний учащихся.

Условием допуска к итоговой аттестации является выполнение всех лабораторных работ и посещение 75 % всех лекционных занятий.

Для проведения итоговой аттестации формируют перечень вопросов, охватывающий всё содержание дополнительной образовательной программы. Вопросы для зачета охватывают лекционную и практическую части образовательной программы.

По результатам прохождения теста экзаменуемый получает оценку «зачтено», если дал 100 – 60 % правильных ответов; если экзаменуемый правильно ответил на 59 % вопросов или менее, то ставится оценка «не зачтено».

Слушателям, успешно прошедшим итоговую аттестацию, выдается удостоверение о повышении квалификации.

#### Перечень тем для итоговой аттестации

- Понятие хроматографического процесса и движущие силы хроматографического разделения.
- Область применения, достоинства и ограничения метода газовой хроматографии.
- Хроматограмма как источник информации о качественном и количественном составе анализируемой пробы

- Типовые задачи идентификации в хроматографическом анализе и пути их решения.
- Методы количественного хроматографического анализа.
- Основные узлы газовых хроматографов и схема газохроматографического разделения.
- Основные газохроматографические детекторы и области их применения.
- Типы адсорбентов, носителей и стационарных жидких фаз в газовой хроматографии.
- Закономерности удерживания веществ в газовой хроматографии.
- Основные способы подготовки проб в хроматографическом анализе.
- Основные правила правильной эксплуатации газохроматографического оборудования и методы диагностики неполадок.
- Основные источники случайных и систематических погрешностей в хроматографическом анализе и пути их минимализации.

**Пример тестовых заданий для прохождения итоговой аттестации приведен в Приложении 1.**

5. Организационно-педагогические условия реализации программы

5.3. Материально-технические условия реализации программы

Занятия проводятся на базе помещения Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис»: аудиторные лекции — в конференц-зале (2 этаж), оборудованном компьютерной и проекционной техникой, практические занятия – в помещении лаборатории (1 этаж), оснащенной лабораторным оборудованием, средствами измерения и расходными материалами.

Помещение для лекций и семинаров должно отвечать следующим требованиям:

- достаточное количество посадочных мест (не менее 6);
- неспециализированный компьютер с программным обеспечением общего пользования для показа иллюстративного материала в формате «Power Point»;
- мультимедийный проектор и экран;
- место для размещения верхней одежды (гардероб, шкаф);
- корзины для мусора.

В лабораторном помещении для проведения практических занятий должно быть в наличии всё необходимое лабораторное оборудование и материалы: вытяжной шкаф, центрифуга, водяная баня, дозирующие устройства, химическая и мерная посуда, необходимые реактивы.

Выполнение лабораторных работ по данной программе требует использования современного хроматографического оборудования: газового хроматографа «Кристалл 5000 исп. 2» (ЗАО СКБ «Хроматэк»), газового хроматографа 7890В с масс-детектором 5977А (Agilent); а также вспомогательного оборудования: установки для проведения твердофазной экстракции, центрифуги.

#### 5.4. Учебно-методическое обеспечение

По окончании программы обучения, слушателям предоставляется материал презентаций лекционных курсов в электронном виде.

#### 5.5. Кадровое обеспечение

Образовательный процесс обеспечивается сотрудниками Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», а также приглашенными специалистами. Для проведения лекций и практических занятий допускаются преподаватели, имеющие высшее химическое образование, знакомые с методикой преподавания химической дисциплины, знающие содержание учебной дисциплины и владеющие навыками, обязательными к освоению слушателями.

#### 5.6. Информационное обеспечение

##### Список основной литературы

1. Газохроматографический анализ загрязненного воздуха. / Ю.С. Другов, А.А. Родин. М: «Лаборатория знаний», 2020 — 531 с.
2. Контроль безопасности и качества продуктов питания и товаров детского ассортимента. / Ю.С. Другов, А.А. Родин. М: «Лаборатория знаний.», 2020 — 443 с.
3. Анализ загрязненной воды. / Ю.С. Другов, А.А. Родин. М: «Лаборатория знаний», 2020 — 681 с.
4. Метрология и обеспечение качества химического анализа. / В. И. Дворкин. М: Техносфера, 2019 — 318 с.

##### Список дополнительной литературы

1. Практическая газовая и жидкостная хроматография/ / Б.В. Столяров, И.М. Савинов, А.Г. Витенберг и др. СПб: изд. СПбГУ, 2002 — 616 с.
2. ДЖ. Мак-Махон «Аналитические приборы». / Пер. с англ. под ред. проф. Москвина Л.Н, СПб: изд. «Профессия», 2013 — 351 с.
3. Вольфганг Р. Лесс «Практическое руководство для лабораторий». / Пер. с нем. 2-го издания под ред. И.Г. Зенкевича, Н.А. Шурдубы, И.В. Болдырева, СПб: изд. «Профессия», 2011 г — 470 с.
4. Современные методы аналитической химии/ / М. Отто, пер. с немецкого, том.1, М.: Техносфера, 2008 — 544 с.
5. Аналитическая хроматография. / К.И. Сакодынский, В.В. Бражников, С.А. Волков и др. М.: Химия 1993 — 464 с.

#### 6. Разработчики программы

6.3.1.Афонин Дмитрий Александрович, к.т.н., заместитель начальника Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», [d.afonin@ecaservice.ru](mailto:d.afonin@ecaservice.ru), (812) 702-32-88, доб. 611.

6.3.2. Виноградова Ольга Владимировна, к.х.н., начальник Отдела исследований и разработок ООО «ЕКА Сервис», [o.vinogradova@ecaservice.ru](mailto:o.vinogradova@ecaservice.ru), (812) 702-32-88 доб. 610.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1.

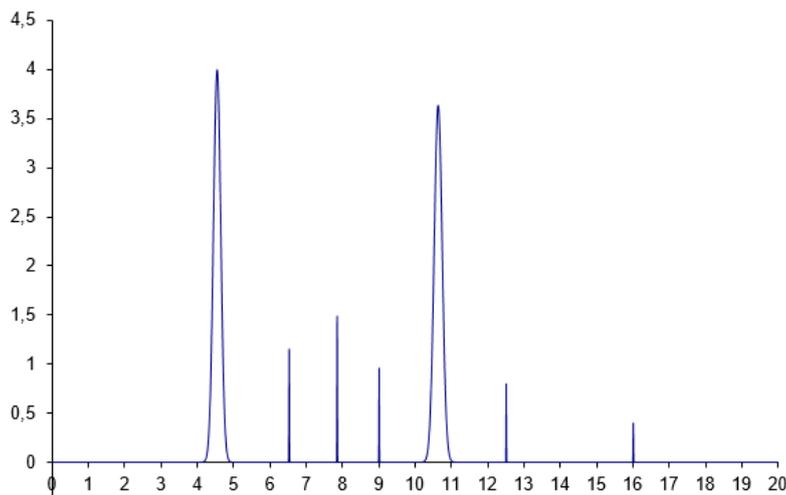
### Пример тестовых заданий для прохождения итоговой аттестации.

1. Выберите правильное утверждение  
А. При прохождении через хроматографическую колонку анализируемые вещества вступают в химическую реакцию с газом-носителем.  
Б. В процессе хроматографического разделения анализируемые вещества необратимо сорбируются на неподвижной фазе.  
В. Анализируемые вещества не должны реагировать с газом-носителем и компонентами неподвижной фазы.
2. Какие группы веществ нельзя анализировать с использованием метода газовой хроматографии?  
А. Природный газ.  
Б. Углеводороды.  
В. Фенолы.  
Г. Неорганические соли.
3. Какой метод градуировки позволяет исправить ошибки дозирования при ручном вводе пробы?  
А. Метод нормализации.  
Б. Метод внешнего стандарта.  
В. Метод внутреннего стандарта.
4. Какой параметр можно использовать для идентификации пиков на хроматограмме?  
А. Площадь пика.  
Б. Высота пика.  
В. Время удерживания пика.  
Г. Ширина пика.
5. Какой метод количественной обработки позволяет получать наиболее точные результаты?  
А. Метод нормализации.  
Б. Метод абсолютной градуировки.  
В. Метод внутреннего стандарта.
6. Какой параметр используют для характеристики эффективности хроматографической колонки?  
А. Время удерживания пика.  
Б. Высота теоретической тарелки.  
В. Степень разделения пиков двух веществ.  
Г. Площадь пика.
7. Рассчитайте число теоретических тарелок хроматографической колонки.  
Данные для расчета:  
– время удерживания пика — 270 с;

- давление газа-носителя на входе в колонку — 100 кПа;
  - ширина пика — 5 с;
  - площадь пика — 600 с\*мВ.;
  - температура колонки — 120 °С;
  - мертвое время колонки — 70 с.
8. Имеется смесь из 2-х веществ — гексан ( $T_{\text{кип}} = 68\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) и метанол ( $T_{\text{кип}} = 64,7\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Какой порядок выхода пиков, соответствующим этим веществам будет на колонках с полярной и неполярной неподвижной фазами?
- А. Колонка с полярной подвижной фазой      1-й пик \_\_\_\_\_ 2-й пик \_\_\_\_\_
- Б. Колонка с неполярной подвижной фазой      1-й пик \_\_\_\_\_ 2-й пик \_\_\_\_\_
9. На полученной хроматограмме наблюдается неполное разделение двух пиков? Какое действие может улучшить разделение пиков?
- А. Изменение температуры испарителя.
- Б. Использование режима программирования температуры испарителя.
- В. Изменение температуры детектора.
- Г. Увеличение размера введенной пробы.
- Д. Использование другой колонки.
10. Какой фактор не влияет на чувствительность анализа при использовании пламенно-ионизационного детектора?
- А. Размер вводимой пробы.
- Б. Концентрация вещества в пробе.
- В. Температура детектора.
- Г. Коэффициент деления потока в испарителе.
11. Анализ проводят на капиллярной колонке с использованием пламенно-ионизационного детектора. Обнаружено, что чувствительность анализа недостаточная. Какими способами можно увеличить чувствительность.
- А. Увеличит размер вводимой пробы.
- Б. Уменьшить коэффициент деления пробы в испарителе.
- В. Использовать способ ввода пробы без деления потока.
- Г. Все из вышеперечисленного.
12. Выберете подходящие детекторы для решения следующих задач:
- А. Анализ компонентного состава природного газа \_\_\_\_\_
- Б. Анализ серосодержащих соединений \_\_\_\_\_
- В. Анализ хлорорганических пестицидов \_\_\_\_\_
- Г. Анализ фосфорорганических соединений \_\_\_\_\_
- Д. Анализ жирных кислот \_\_\_\_\_
13. При вводе пробы на хроматограмме отсутствуют пики. Возможные причины?  
(Возможно несколько правильных ответов)
- А. Загрязнена игла шприца.
- Б. Не горит пламя в пламенно-ионизационном детекторе.

- В. В конфигурации прибора неправильно выбран тип газа-носителя.  
 Г. Обломилась колонка.

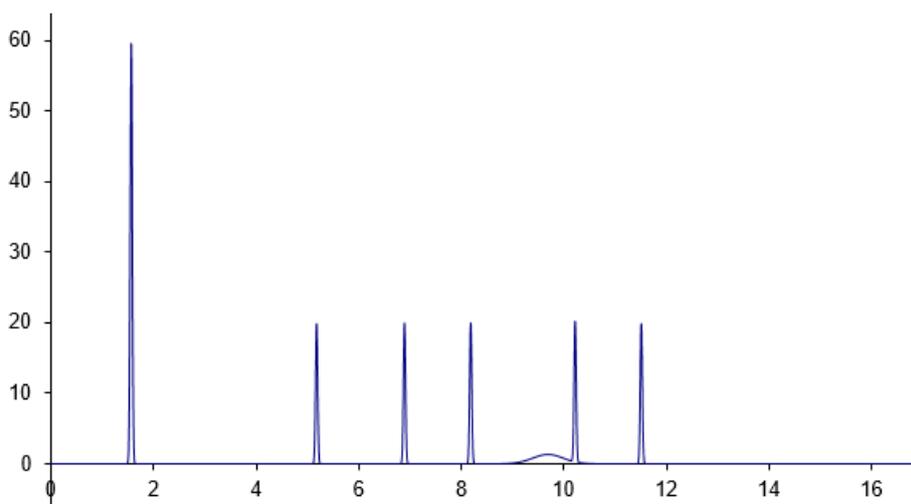
14. На хроматограмме, полученной с использованием электрозахватного детектора, наблюдается повышенный фон. Укажите возможные причины.  
 А. Высокая температура колонки.  
 Б. Загрязнен детектор.  
 В. Недостаточная чистота газа-носителя.  
 Г. Все из вышеперечисленного.
15. Факторы, оказывающие влияние на чувствительность термоионного детектора.  
 А. Температура детектора.  
 Б. Расход водорода.  
 В. Размер пробы.  
 Г. Все из вышеперечисленного.
16. Программа обработки хроматографической информации не находит пик анализируемого вещества на хроматограмме. Возможные причины?  
 А. Изменен режим хроматографического разделения.  
 Б. Анализируемое вещество отсутствует в пробе.  
 В. В программе обработки установлено высокое значение допустимой минимальной площади/высоты пика.  
 Г. Все из вышеперечисленного.
17. Назовите причину появления узких пиков на хроматограмме.



- А. В анализируемой пробе находятся посторонние компоненты.  
 Б. Загрязнен детектор.  
 В. Неисправен усилитель детектора.
18. В пламенно-ионизационном детекторе не зажигается пламя. Возможные причины?

- А. Отсутствует поток водорода.
- Б. Низкий расход водорода.
- В. Забилось сопло горелки детектора.
- Г. Неправильно заданы параметры режима поджига.
- Д. Обломилась колонка возле детектора.
- Е. Все из вышеперечисленного.

19. Назовите наиболее вероятную причину появления широкого пика.



- А. Низкая температура колонки.
- Б. Низкое значение коэффициента деления потока.
- В. Недостаточное время анализа предыдущей пробы.
- Б. Малый объем вводимой пробы.

20. Практическое задание.

На основании полученных ранее хроматограмм градуировочных растворов, а также хроматограммы тестовой пробы, слушателю предлагается с использованием программного обеспечения хроматографа сделать следующее:

- провести разметку хроматограмм и идентификацию пиков на хроматограммах градуировочного раствора;
- сделать градуировку;
- создать метод для количественного расчета хроматограмм;
- с использованием созданного метода провести количественную обработку хроматограммы тестовой пробы;
- сформировать отчет по результатам анализа тестовой пробы.