

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана

А. С. Князев

Оценочные материалы по дисциплине

Хроматография

по направлению подготовки

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:
**Химические и физические методы исследований в экологической и
криминалистической экспертизе**

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2023

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

К.А. Дычко

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина

1. Компетенции и индикаторы их достижения, проверяемые данными оценочными материалами

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

ПК-2. Способен к решению профессиональных производственных задач.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИПК 1.1 Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий

ИПК 1.2 Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов

ИПК 1.3 Использует современное физико-химическое оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках, применяя взаимодополняющие методы исследования

ИПК 2.1 Анализирует имеющиеся нормативные документы по системам стандартизации, разработки и производству химической продукции и предлагает технические средства для решения поставленных задач

ИПК 2.2 Производит оценку применимости стандартных и/или предложенных в результате НИР технологических решений на применимость с учетом специфики изучаемых процессов

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

- контроль посещаемости;
- тесты по лекционному материалу;
- отчеты по лабораторным работам;
- индивидуальные задания (рефераты).

Тест (ИПК 1.1, ИПК 1.2, ИПК 2.2)

1. Какое утверждение верно?

- а) газовая хроматография используется для анализа газообразных образцов;
- б) газовая хроматография используется для анализа твердых образцов;
- в) газовая хроматография используется для анализа газов, жидких и твердых образцов.

2. Значение удерживаемого объема аналита равно произведению:

- а) мертвого времени и общей пористости сорбента;
- б) времени удерживания и объемного расхода газа-носителя;
- в) приведенного времени удерживания и объемного расхода газа-носителя;
- г) времени удерживания и общей пористости сорбента.

3. Разрешение хроматографических пиков пропорционально:

- а) числу теоретических тарелок в колонке;
- б) квадратному корню из числа теоретических тарелок в колонке;
- в) квадрату числа теоретических тарелок в колонке;
- г) кубическому корню из числа теоретических тарелок в колонке.

4. Анализ равновесной паровой фазы (Headspace) проводят с целью:

- а) определения эмиссии летучих соединений из твердых или жидких образцов;
- б) определения остаточных веществ в хроматографической колонке после анализа смеси;

в) определения нелетучих компонентов образца.

Ключи: 1 в), 2 б), 3 б), 4 а).

Критерии оценивания: тест считается пройденным, если обучающий ответил правильно как минимум на 2/3 вопросов.

Отчет по лабораторной работе (ИПК 1.1, ИПК 1.2, ИПК 1.3, ИПК 2.1, ИПК 2.2)
Лабораторная работа «Определение ацетона в нитрорастворителе методами АРП и ГХ»

Цель работы: провести количественное определение ацетона в нитрорастворителе (методом стандартной добавки).

Задание:

1. Идентифицировать ацетон в образце нитрорастворителя;
2. Провести количественный анализ ацетона методом стандартной добавки.

Приборы и реактивы:

1. Газовый хроматограф Agilent 6890N с пламенно-ионизационный детектором и приставкой для парофазного анализа 7694E Headspace Sampler;
2. Кварцевая капиллярная колонка со HP-5 ((5%-фенил)-метилполисилоксан) 30м x 0.25 мм, 0.25μ
3. Виалы для парофазного анализа, опресовывающее устройство;
4. Мерные пипетки, микрошприц 10 μl;
4. Образец нитрорастворителя; ацетон для хроматографии.

Критерии оценивания: отчет по лабораторной работе должен содержать название работы, ее цель, краткий ход выполнения работы, полученные результаты, их обработку и выводы. При наличии и верном содержании всех структурных элементов отчет принимается с оценкой «зачтено». В противном случае – «не зачтено».

Примерная тематика индивидуальных заданий (рефератов) (ИПК 1.2, ИПК 2.1, ИПК 2.2)

1. История открытия метода хроматографии. Работы М.С. Цвета, роль отечественных ученых в развитии газохроматографических методов.
2. Современные методы концентрирования и разделения микропримесей органических соединений.
3. Применение газовой экстракции для определения органических соединений в объектах окружающей среды.
4. Газохроматографическое определение летучих органических соединений в полимерных материалах.
5. Применение газовой хроматографии в фармацевтике и фармакологии.
6. Применение поликапиллярных колонок для экспрессного определения углеводов и взрывчатых веществ.

Критерии оценивания: за реферативную работу студент получает «зачтено», если содержание реферата соответствует заявленной теме и основано на анализе современных литературных данных, статей в периодических изданиях за последние 10 лет. В случае отсутствия реферата или плохого его качества ставится «не зачтено».

3. Оценочные материалы итогового контроля (промежуточной аттестации) и критерии оценивания

Экзамен в третьем семестре проводится в письменной форме по билетам.

Экзаменационный билет состоит из двух вопросов. Продолжительность экзамена 1,5 часа.

Первый вопрос проверяет ПК-1. Ответ на вопрос дается в развернутой форме.

Второй вопрос проверяет ПК-2. Ответ на вопрос предполагает теоретическое введение, дополненное примерами практического характера.

Пример экзаменационного билета

1. Принципиальная схема устройства газового хроматографа. Типы хроматографических приборов лабораторного, промышленного и специального назначения. Детекторы и хроматографические колонки.
2. Метод внутреннего стандарта в количественном анализе наркотических веществ.

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Оценка «отлично» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении компетенций и достижении всех запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «отлично»:

- умеет прогнозировать результаты несложных хроматографических разделений и осуществлять их по предлагаемой методике (ИПК 1.1.);
- способен проанализировать по предлагаемой методике простую смесь веществ (ИПК 1.2, ИПК 1.3);
- знает принципы определения причин неудачного хроматографического разделения (ИПК 2.1, ИПК 2.2).

Оценка «хорошо» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении компетенций и достижении ряда запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «хорошо»:

- умеет составлять протоколы процессов разделения с использованием знаний основных сред разделения (сорбентов) и классов разделяемых соединений (ИПК 1.1);
- знаком с принципами количественного анализа (ИПК 1.2, ИПК 1.3);
- различает виды устройств для ввода пробы (ИПК 2.2).

Оценка «удовлетворительно» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении части компетенций и достижении ряда запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «удовлетворительно»:

- умеет интерпретировать результаты разделения относительно простых по составу образцов (ИПК 1.1);
- знаком с принципами качественного анализа (ИПК 1.2.);
- различает виды наиболее популярных детекторов (ИПК 1.3)

Оценка «неудовлетворительно» ставится при частичном прохождении этапов текущего контроля, освоении части компетенций и достижении минимального набора запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «неудовлетворительно»:

- умеет классифицировать виды хроматографии – газовая, жидкостная, тонкослойная и т.д. (ИПК 1.2.);
- классифицирует виды сорбентов (ИПК 1.3.);
- знает алгоритм хроматографического определения (ИПК 1.2);

Результаты контроля текущей успеваемости влияют на оценку, полученную студентом на экзамене. В случае наличия «не зачтено» по одному или нескольким элементам контроля текущей успеваемости экзаменационная оценка снижается на 1 или 2 балла.

4. Оценочные материалы для проверки остаточных знаний (сформированности компетенций)

Задачи

Задача 1 (ИПК 1.2)

При разделении смеси углеводородов получены следующие приведенные времена удерживания: пропан – 2.23 мин, изобутан – 5.71 мин и бутана – 6.67 мин. Рассчитайте индекс Ковача для каждого из этих углеводородов.

Задача 2 (ИПК 1.2)

На хроматографической колонке определены времена удерживания пропана (4.78 мин) и бутана (6.86 мин). Какое время удерживания ожидать для изобутана, если его индекс Ковача в выбранных условиях газохроматографического эксперимента составляет 385,3?

Задача 3. (ИПК 1.1)

На хроматограмме смеси присутствуют два пика (А и В). Площадь пика А составляет 3 см^2 , площадь пика В составляет 2 см^2 . Предполагая, что отклик детектора одинаков для обоих соединений, рассчитайте содержание В (%) в изученной двухкомпонентной смеси.

Задача 4. (ИПК 2.2)

При хроматографическом анализе низкомолекулярных кислот масляная кислота элюируется со временем удерживания 7.63 мин, изомасляная кислота – 5,98 мин. Мертвое время хроматографической системы – 0.31 мин. Рассчитайте коэффициент селективности для изомасляной и масляной кислот.

Задача 5. (ИПК 2.2)

При хроматографическом анализе лимонного масла пик лимонена характеризуется временем удерживания 7.35 мин и шириной пика у основания 0.85 мин. γ -Терпинен элюируется через 8.53 мин при ширине пика у основания 0.53 мин. Каково разрешение пиков лимонена и γ -терпинена?

Задача 6. (ИПК 1.3)

В результате хроматографического анализа хлорсодержащего пестицида дильдрин на двухметровой колонке получен пик со временем удерживания 8.68 мин и шириной у основания 0.29 мин. Рассчитайте число теоретических тарелок и высоту, эквивалентную теоретической тарелке.

Ответы:

Задача 1. 300 (пропан), 385,3 (изобутан), 400 (бутан)

Задача 2. 6,5 мин

Задача 3. 40%

Задача 4. 1,3

Задача 5. 1,7

Задача 6. 14334 тарелки; 0,139 мм

Тест (ИПК 1.1, ИПК 1.2, ИПК 2.2)

1. Дериватизация образца может проводиться с целью:

- снижения полярности аналитов;
- увеличения отклика детектора;
- повышения летучести аналитов;
- все вышеперечисленное верно.

2. Какое утверждение неверно?

- а) детектор по теплопроводности реагируют на разницу теплопроводности анализируемых соединений в потоке газа-носителя и чистого газа-носителя;
 - б) пламенно-ионизационный детектор используются только для анализа неорганических соединений;
 - в) пламенно-ионизационный детектор деструктивен;
3. Ввод образца с делением потока (Split) используют для:
- а) разделения образца на более мелкие порции для последовательного введения;
 - б) разделения образца на более мелкие порции для одновременного введения через параллельные порты;
 - в) того, чтобы в колонку попала только часть введенного образца;
 - г) ничего из вышеперечисленного.
4. Какую информацию можно получить на основе кривой Ван-Деемтера?
- а) коэффициент селективности;
 - б) оптимальную скорость потока подвижной фазы;
 - в) оптимальную температуру колонки;
 - г) оптимальную длину колонки.
5. Каковы преимущества уменьшения внутреннего диаметра хроматографической колонки?
- а) возможность хроматографирования проб большего объема;
 - б) увеличение разрешения пиков;
 - в) снижение риска перегрузки колонки;
 - г) все вышеперечисленное.

Ключи: 1 г), 2 б), 3 в), 4 б).

Теоретические вопросы (ИПК 1.1, ИПК 1.2, ИПК 2.1, ИПК 2.2):

1. Использование стандартных соединений (метод метки) в ГХ (газовой хроматографии).
2. Относительные параметры удерживания для идентификации соединений методами хроматографии.
3. Корреляционные зависимости параметров хроматографического удерживания от физико-химических свойств сорбатов.
4. Логарифмические индексы удерживания Ковача, арифметические индексы в режиме программирования температуры. Закономерности удерживания в методе ГХ.
5. Реакционная газовая хроматография. Метод селективного вычитания и сдвига в качественном анализе многокомпонентных смесей.
6. Применение селективных детекторов для качественного газохроматографического анализа.
7. Сочетание газовой хроматографии с ИК-спектроскопией и масс-спектрометрией.

Ответ должен соответствовать сути вопроса с опорой на лекционный материал курса и опыт выполнения лабораторных работ.

Информация о разработчиках

Слизов Юрий Геннадьевич, канд. хим. наук, доцент, кафедра органической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, зав. кафедрой.

Бугаева Александра Игоревна, канд. хим. наук, доцент кафедры органической химии химического факультета Национального исследовательского Томского государственного университета