

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

Хроматографические методы

по направлению подготовки

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

Химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Бакалавр

Год приема

2023

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковников

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина

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

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ОПК-1 Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений.

ОПК-2 Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием.

ПК-1 Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИОПК 1.1 Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов.

ИОПК 1.2 Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.

ИОПК 1.3 Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

ИОПК 2.1 Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.

ИПК 1.3 Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР.

ИПК 1.4 Готовит объекты исследования.

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

- расчётные задания;
- лабораторные работы;
- коллоквиум

Расчётные задания (ИОПК 1.1, ИОПК 1.2)

1. Динамическая объемная емкость катионита КУ-2-8 равна 1,5 ммоль/мл. Какой объем раствора хлорида кальция с $c(1/2 \text{ CaCl}_2) = 0.05$ моль/л можно пропустить через колонку, заполненную 100 мл набухшего катионита, до проскока?

2. Навеску сухого катионообменника массой 1,0000 г залили 20 мл раствора нитрата кальция с концентрацией 0,1 моль/л. После установления равновесия на титрование 10 мл раствора затратили 2,40 мл 0,01 М раствора комплексона III. Рассчитайте коэффициент распределения Ca^{2+} .

Ключи: 1) $V(\text{CaCl}_2) = 3,0$ л., 2) 813.

Результаты выполнения расчётных заданий оцениваются «зачтено» (выполнено правильно не <60% заданий), «не зачтено» (выполнено правильно менее 60% заданий).

Лабораторные работы (ИОПК 1.3, ИОПК 2.1, ИПК 1.3, ИПК 1.4)

1. Ионнообменное отделение Cu^{2+} от Fe^{3+} на катионите КУ-2-8 и её количественное определение в модельной смеси.
2. Определение неорганических анионов (F^- , Cl^- , NO_3^- , Br^- , SO_4^{2-}) в водах методом ионной хроматографии.

3. ВЭЖХ. Идентификация компонентов и их количественное определение в препарате «Терафлю».

Результаты выполнения лабораторных работ принимаются в форме отчётов и оцениваются «зачтено», «не зачтено».

Коллоквиум (ИОПК 1.1, ИОПК 2.1)

Коллоквиум проводится по одному из вариантов жидкостной хроматографии (ионообменной), который исключается из вопросов экзамена. Студенту предложено 4 задания (3 задания теоретического характера и 1 расчётная задача). Максимальное количество баллов за 4 задания – 40.

Примеры теоретических вопросов и расчётных задач для текущего контроля:

1. Оцените возможность ионообменного разделения ионов Mg(II) и Cu(II) на катионообменнике КУ-2-8, H⁺-ф. Какие параметры для этого следует определить? Как провести термодинамическую оценку процесса ионообменного разделения? Напишите реакции ионного обмена (10 б.)
2. Известно, что скорость ионного обмена зависит от скорости перемешивания раствора. Признаком какой лимитирующей стадии это является? Выведите основное уравнение при данном кинетическом механизме процесса ионного обмена. Укажите все признаки данного вида кинетики (14 б.)
3. Укажите физико-химическое свойство зернистых ионообменников, определяющее их кинетические свойства. Каким методом его определяют? Суть методики? (6 б.)
4. Какую навеску катионита в H⁺-форме следует взять, чтобы сорбировать Fe³⁺ из 5 л раствора FeCl₃ с молярной концентрацией c(Fe³⁺) = 0,05 моль/л? Полная обменная ёмкость катионита 3,6 ммоль/г. Напишите реакцию ионного обмена. (10 б.)

Ниже приводится шкала перевода суммы баллов за текущий контроль в оценки:

Количество баллов	Критерии оценивания	Оценка
36–40 баллов	Даны правильные ответы на все теоретические вопросы и правильно решена задача	отлично
30 – 35 баллов	Допущены незначительные ошибки в обсуждении теоретических вопросов или решении задачи	хорошо
24 – 29 баллов	Допущены принципиальные ошибки в обсуждении теоретических вопросов или решении задачи	удовлетворит.
Менее 24 баллов	Отсутствует понимание теоретических вопросов и решения задачи	неудовлетворит.

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

Экзамен проводится в устной форме обсуждения заданий экзаменационного билета. Экзаменационный билет включает четыре задания. Структура экзаменационного билета соответствует компетентностной структуре дисциплины. Время подготовки 1,5 часа.

Два задания теоретического характера носят проблемный характер и предполагают синтетические ответы в развёрнутой форме, проверяющие ИОПК 1.1 и ИОПК 2.1 Третье задание направлено на оценку сформированности ИПК 1.3 и предполагает знание методов хроматографического анализа и умение обоснованного выбора необходимого варианта для решения поставленной практической задачи.

Четвертое задание – расчётная задача. Выполнение данного задания предполагает проверку компетенции ИОПК 1.2 и ИОПК 1.3. Приводится решение задачи и краткая интерпретация полученных результатов.

Примерный перечень теоретических вопросов:

1. От чего зависит скорость движения хроматографической зоны вещества по колонке? Какая теория описывает эту закономерность и в чём её суть (выведите уравнение).

2. Какой вариант метода хроматографического анализа следует выбрать для определения анионов в молочной сыворотке: а) газовая хроматография; б) нормально-фазовая ВЭЖХ; в) ионная хроматография; г) эксклюзионная хроматография? Укажите какие неподвижные и подвижные фазы можно использовать в данном варианте хроматографии, какой детектор? Приведите реакции, отражающие суть метода.

3. Представьте на рисунке общий вид кривых элюирования смеси двух соединений А и В, полученных на двух колонках, если селективность разделения на колонке 1 ниже, чем на колонке 2. Считать эффективность колонок одинаковой, разрешение пиков в обоих случаях больше 1,5. Какие параметры характеризуют селективность и эффективность хроматографического процесса? Каким образом можно повысить селективность разделения на колонке 1 для ГХ и ЖХ?

Примеры задач:

1. При разделении на хроматографической колонке ($N=256$) объёмы удерживания веществ (V_R) А и В равны 5,0 и 6,2 мл соответственно. Рассчитайте ширину пика каждого вещества ($\mu_{0,5}$) и их разрешение R_s . Возможно ли количественное определение компонентов А и В при таком разрешении?

2. На хроматограмме получены пики веществ Z и Y и несорбируемого компонента А. Времена удерживания: $\tau_R(Z)=5,64$ мин; $\tau_R(Y)=8,04$ мин; $\tau_{R0}=1,20$ мин. Ширина пика у основания: $w(Z)=0,25$ мин; $w(Y)=0,35$ мин. Объёмная скорость потока $F=3$ мл/мин. Длина колонки - 28,3 см. Рассчитайте: а) исправленные параметры удерживания (V_R' , τ_R') Z и Y; б) число теоретических тарелок; в) высоту, эквивалентную теоретической тарелке; г) коэффициент селективности и разрешение для разделения веществ Z и Y. Удовлетворяет ли разрешение пиков требованиям количественного анализа?

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». Оценка за выполнение заданий имеет удельный вес в зависимости от его сложности и трудоёмкости и выражается в баллах. Максимальное количество баллов за 4 задания – 40.

Результаты промежуточной аттестации зависят и учитывают результаты текущего контроля (результат сдачи коллоквиума).

Ниже приводится шкала перевода суммы баллов за текущий контроль и экзамен в оценки:

Количество баллов	Критерии оценивания	Оценка
72–80 баллов	Даны правильные ответы на все теоретические вопросы и правильно решена задача	отлично
60 – 71 баллов	Допущены незначительные ошибки в обсуждении теоретических вопросов или решении задачи	хорошо
48 – 59 баллов	Допущены принципиальные ошибки в обсуждении теоретических вопросов или решении задачи	удовлетворит.

Менее 48 баллов	Отсутствует понимание теоретических вопросов и решения задачи	неудовлетворит.
-----------------	---	-----------------

Информация о разработчиках

Скворцова Лидия Николаевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.