

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана химического факультета
А. С. Князев

Оценочные материалы по дисциплине

Хроматографические методы

по направлению подготовки / специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Направленность (профиль) подготовки / специализация:

Фундаментальная и прикладная химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

химик-специалист, преподаватель

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:

- БК-2. Способен использовать этические принципы в профессиональной деятельности;
- ОПК-1. Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений в различных областях химии;
- ОПК-2. Способен проводить синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследовать процессы с их участием;
- 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 на основе критического анализа результатов НИР и НИОКР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках;
- ПК-6. Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

РОБК 2.2 Умеет проектировать решение профессиональных задач с учетом принципов профессиональной этики

РООПК 1.1 Знает теоретические основы неорганической, органической, физической и аналитической химии, применяет их при решении профессиональных задач в других областях химии.

РООПК 1.2 Умеет систематизировать и интерпретировать результаты экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии

РООПК 1.3 Умеет грамотно формулировать заключения и выводы по результатам работы

РООПК 2.2 Знает теоретические основы методов изучения состава, структуры и свойств для грамотного выбора метода исследования

РООПК 2.3 Умеет проводить стандартные синтезы по готовым методикам, выполнять стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов, а также использовать серийное научное оборудование для изучения их свойств

РОПК 1.1 Умеет разрабатывать стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

РОПК 1.2 Умеет выбирать экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

РОПК 2.1 Умеет систематизировать информацию, полученную в ходе НИР и НИОКР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными

РОПК 6.1 Умеет выполнять стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства.

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

- расчётные задания;
- лабораторные работы;
- коллоквиум

Расчётные задания (РООПК 1.1, РООПК 1.2)

1. Динамическая объёмная ёмкость катионита КУ-2-8 равна 1,5 ммоль/мл. Какой объём 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 (РОБК 2.2, РООПК 1.3, РООПК 2.3, РОПК 1.2, РОПК 6.1)

1. Ионообменное 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 (РООПК 1.1, РООПК 2.2, РОПК 1.1)

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 Fe^{3+} из 5 л раствора FeCl_3 с молярной концентрацией $c(\text{Fe}^{3+}) = 0,05$ 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 РООПК 1.1 и РООПК 2.2 Третье задание направлено на оценку сформированности РООПК 1.2 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 РООПК 1.2 и РООПК 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.