

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

Анализ реальных объектов

по направлению подготовки

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

Химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Бакалавр

Год приема

2024

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковников

Председатель УМК

В.В. Шелковников

Томск – 2024

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 1.1 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР.

ИПК 1.2 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР.

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:

№	Контролируемые темы/разделы	Наименование оценочного средства для текущего контроля	Код индикатора достижения компетенции
1	Тема 1. Аналитический цикл и его основные этапы.	Коллоквиум, контрольная работа Устный опрос	ИОПК 1.1 ИОПК 1.3 ИПК 1.2
2	Тема 2. Анализ геологических объектов., черных металлов и сплавов		
3	Тема 3. Анализ цветных и редких металлов и сплавов.	Индивидуальное задание Устный опрос	ИОПК 1.3 ИПК 1.1 ИПК 1.4
4	Тема 4. Анализ вод.	Индивидуальное задание Лабораторная работа Устный опрос	ИОПК 1.1 ИОПК 2.1 ИПК 1.1. ИПК 1.2 ИПК 1.3 ИПК1.4 ИОПК 1.3

5	Тема 5. Анализ воздуха.	Тест	ИОПК 1.1
6	Тема 6. Анализ почв и донных отложений.	Индивидуальное задание Устный опрос	ИОПК 1.3 ИПК 1.1
7	Тема 7. Анализ веществ высокой чистоты.		ИОПК 1.3 ИПК 1.1

Содержание оценочных средств

Примеры вопросов для устного опроса:

1. Анализ. Выбор схемы и метода анализа. Основные его стадии.
2. Представительность пробы. Виды проб, размер. Факторы, учитываемые при отборе проб.
3. Техника отбора проб газов, жидкостей и твердых веществ.
4. Стадии получения аналитической пробы из генеральной для твердых веществ.
5. Вода в пробах. Удаление влаги из образца. Методы определения в пробах воды.
6. Способы разложения пробы. Факторы, влияющие на выбор способа разложения.
7. «Мокрый» способ разложения. Выбор растворителя. Погрешности.
8. «Сухое» разложение: термическое разложение, сплавление, спекание.
9. Маскирование – как способ устранения влияния мешающих компонентов.
10. Количественные характеристики методов разделения и концентрирования.
11. Охарактеризуйте основные методы разделения и концентрирования, основанные на образовании новой фазы (Осаждение, электроосаждение, вымораживание, испарение, селективное растворение).
12. Назовите методы разделения и концентрирования, основанные на различиях в распределении вещества между фазами. Охарактеризуйте один из них.
13. Экстракция. Основные понятия. Типы экстракций. Количественные характеристики.
14. Минералы, горные породы, вмещающие породы, руды. Типы минералов. Сырье для получения различных металлов.
15. Классификация металлов. Области их применения.
16. Сплавы, их физические признаки. Классификация сплавов.
17. Железные сплавы, их состав.
18. Получение железных сплавов с особыми свойствами.
19. Легирующие элементы сталей, их состояние в сплаве и роль.
20. Твердые сплавы, их виды, области применения.

Примеры билетов для контрольной работы.

Контрольная работа. Вариант 1.

1. В 6 мерных колб вместимостью 100,0 см³ поместили 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00; и 6,00 см³ стандартного раствора Fe³⁺ с концентрацией 10,0 мг/см³. После проведения реакции с сульфосалициловой кислотой измерили оптические плотности растворов, которые соответственно равны: 0,12; 0,25; 0,37; 0,50; 0,62 и 0,75. Оптическая плотность анализируемого раствора кислотной вытяжки почвы с сульфосалициловой кислотой составила 0,30. Определите содержание подвижных форм Fe³⁺ в почве (г/кг), если для приготовления вытяжки была взята почва массой 5,0000 г, а объем вытяжки составил 25 см³.
2. В 100,0 см³ раствора содержится 0,0206 г пикриновой кислоты (NO₂)₃C₆H₂OH. В этом растворе создали pH 1 добавкой HCl и проэкстрагировали пикриновую кислоту 2,00 см³ этилбензола. После достижения межфазного равновесия концентрация пикриновой кислоты в водном растворе составила 6,14·10⁻⁴ моль/дм³. Вычислите коэффициент распределения пикриновой кислоты между этилбензолом и водой.

Контрольная работа. Вариант 2.

1. При спектрофотометрическом определении Fe^{3+} в белом вине методом добавок по реакции с тиоцианатом аммония в 2 мерные колбы вместимостью $50,0 \text{ см}^3$ отобрали по $20,0 \text{ см}^3$ анализируемого вина. В одну из колб прибавили $1,00 \text{ см}^3$ раствора, содержащего $0,0030 \text{ г Fe}^{3+}$, в обе колбы добавили раствор NH_4SCN и довели до метки дистиллированной водой. Оптические плотности растворов: $A_x = 0,15$ (при отсутствии добавки), $A_{x+\text{ст.}} = 0,48$ (в присутствии добавки Fe^{3+}). Вычислите массовую концентрацию Fe^{3+} в вине (г/мл). Основной закон светопоглощения $A = \varepsilon \cdot c \cdot l$.
2. Коэффициент распределения бензойной кислоты $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ между октиловым спиртом и водой $D = 65,0$. Рассчитайте степень извлечения бензойной кислоты при соотношении объемов водной и органической фаз 10:2.

Контрольная работа. Вариант 3.

1. В 4 мерные колбы вместимостью $100,0 \text{ см}^3$ поместили $2,00$; $4,00$; $8,00$ и $12,00 \text{ см}^3$ стандартного раствора сульфата натрия с концентрацией $0,02 \text{ мг/см}^3$. В каждую колбу добавили по 10 см^3 раствора электролита (смесь NaCl и HCl), разбавили дистиллированной водой до 20 см^3 и добавили по 3 см^3 раствора желатина. После перемешивания ввели по $7,0 \text{ см}^3$ раствора хлорида бария с массовой долей $10,0 \%$, добавили дистиллированную воду до метки, выдержали 5 мин. Измерили оптические плотности полученных суспензий:

$v(\text{Na}_2\text{SO}_4), \text{ см}^3$	2,00	4,00	8,00	12,00
A	0,071	0,133	0,277	0,367

К $20,0 \text{ см}^3$ минеральной воды добавили растворы желатина и хлорида бария, разбавили дистиллированной водой до метки в мерной колбе вместимостью $100,0 \text{ см}^3$. Оптическая плотность суспензии равна $0,207$. Вычислите массовую концентрацию сульфатов в анализируемой минеральной воде.

2. Коэффициенты распределения о-ванилина (2-гидрокси-3-метоксибензальдегид) и метанола между циклогексаном и водой равны $9,30$ и $1,60 \cdot 10^{-3}$, соответственно. Вычислить фактор разделения о-ванилина и метанола. Возможно ли разделение этих веществ при экстракции циклогексаном (проверьте выполнение двух условий)?

Примеры билетов для коллоквиума.

Билет 1.

1. Для анализа воды в р. Томь необходимо провести отбор проб. Укажите особенности отбора жидких проб и источники погрешностей на этой стадии.
2. Для определения постоянной примеси в железном сплаве (Р) необходимо перевести его в раствор. Какой из способов (кислотное, термическое разложение, сплавление, спекание) более предпочтителен? Какие источники погрешностей могут при этом возникнуть?
3. Водная вытяжка из почв, как ее приготовить? Приведите схему анализа водной вытяжки на содержание Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , Na^+ , K^+ . Охарактеризуйте сущность методов их определения.

Билет 2

1. Для анализа железной руды на содержание целевого компонента необходимо провести отбор генеральной пробы. Методика отбора проб неоднородных материалов. От чего зависит масса первичной пробы?
2. Перечислите методы концентрирования, которые целесообразно использовать при определении низких концентраций токсичных металлов в природных водах методом молекулярной абсорбционной спектрофотометрии. В чем заключается сущность этих методов?

3. Приведите схему анализа силикатных минералов. Какие методы разделения в ней используются? Приведите химические реакции разделения и определения основных компонентов проб.

Билет 3

1. «Сухой» способ разложения пробы (термическое разложение, сплавление, спекание). В чем его сущность. Для каких образцов его используют. Источники погрешностей при его реализации.
2. Назовите методы разделения, основанные на различиях в распределении веществ между фазами. Какие общие закономерности, лежат в основе методов этой группы?
3. Для определения процентного содержания кальция в известняке навеску минерала растворяют в минимальном количестве кислоты, кальций осаждают в виде оксалата, осадок отделяют и растворяют в серной кислоте, после чего титруют полученный раствор перманганатом калия с известной концентрацией. Напишите уравнения реакций всех стадий анализа, приведите расчетную формулу.

Билет 4

1. Какое значение имеет операция отбора пробы при анализе реального объекта? Какими способами обеспечивается ее представительность в зависимости от природы и масштаба объекта?
2. Что такое маскирование? Приведите примеры маскирования (уравнения реакций, тип аналитического сигнала).
3. Как выражаются количественные характеристики процесса экстракции: константа распределения, коэффициент распределения, фактор (степень) извлечения при n -кратной экстракции, коэффициент разделения, фактор обогащения? Как они связаны между собой?

Примеры индивидуальных заданий по теме «Анализ цветных металлов и сплавов»

1. Производство меди и медных сплавов. Определение примесей, влияющих на электропроводность (As, Sb, Fe, Ni) и примесей, ухудшающих прокатные свойства (Bi и Pb) меди и медных сплавов.
2. Латунь – сплавы на основе меди. Виды латуней, их применение. Легированные латуни. Маркировка латуней. Определение в них цинка и легирующих элементов.
3. Бронзы. Оловянные бронзы. Другие виды бронз. Их маркировка. Анализ легирующих элементов.
4. Алюминий, нахождение в природе, сырье и основные способы его получения. Алюминиевые сплавы, маркировка, легирующие элементы, аналитический контроль.
5. Магний. Его получение. Сплавы на основе магния. Легирующие элементы, их аналитический контроль.
6. Жаропрочные сплавы на основе титана. Их применение. Промышленный способ производства титана. Влияние примесей на механические свойства титана. Легирующие элементы.
7. Антифрикционные сплавы. Их состав, назначение, легирующие элементы. Аналитический контроль.

Примеры индивидуальных заданий по теме «Анализ вод»

1. Классификация вод. Основные аналитические проблемы. Пробоотбор, консервация и хранение проб. Важнейшие свойства вод, определяемые наличием растворенных веществ: плотность, электропроводность, температура замерзания и наибольшей плотности.
2. Определение обобщенных *физико-химических показателей*, определяющих качество воды: прозрачности, мутности, цветности, водородного показателя, окислительно-восстановительного потенциала. Определение *обобщенных химических показателей*, определяющих качество воды: щелочности, растворенного кислорода, окисляемости,

химического и биохимического потребления кислорода (ХПК и БПК). Биотестирование как способ оценки качества вод.

3. Определение индивидуальных неорганических компонентов вод:
 - Хлоридов, фторидов, нитритов, нитратов, фосфатов.
 - Серосодержащих анионов, ионов аммония, щелочных и щелочноземельных металлов.
 - Определение жесткости воды, свободного хлора. Формы существования тяжелых металлов и радионуклидов в водах. Способы их концентрирования и определения.
4. Природные органические вещества вод. Общая оценка их содержания: определение органического углерода, азота, фосфора. Основные классы загрязняющих органических веществ. Источники попадания, устойчивость в окружающей среде, токсичность, методы извлечения, концентрирования, разделения и определения:
 - поверхностно-активные вещества, фенолы, нефтепродукты;
 - полиароматические углеводороды; азот-, серо- и фосфорсодержащие пестициды;
 - хлорорганические соединения (хлорсодержащие пестициды, полихлорированные бифенилы, полихлордibenзофураны, полихлордibenзо-п-диоксины).

Примеры тестовых заданий по теме «Анализ воздуха»

Категория «Состав атмосферы»

Какое значение с точки зрения состава имеют границы между разными областями атмосферы

Не имеют никакого значения

Перемешивание атмосферы через эти границы происходит очень быстро

Перемешивание атмосферы через эти границы происходит очень медленно

Категория «Загрязнители атмосферы»

Пероксиацетилнитраты (ПАН) и родственные им соединения в атмосфере являются

Основными (критериальными) загрязнителями

Вторичными загрязнителями

Фотооксидантами

Родоначалниками смога

Постоянными газами

Категория «Агрегатное состояние загрязнителей»

Укажите соответствие между загрязняющим веществом и его агрегатным состоянием:

Антрацен (аэрозольные частицы)

Полихлорированные бифенилы (пар + аэрозольные частицы)

Иод (твердое вещество)

Озон (газ)

Категория «Отбор проб воздуха»

Требования, которым должен удовлетворять метод аналитического контроля при анализе атмосферного воздуха:

$ПО = 0,8 ПДК_{мр}, S_r \leq 25\%$ на уровне ПДК

$ПО = 0,5 ПДК_{мр}, S_r \leq 25\%$ на уровне ПДК

$ПО = 0,8 ПДК_{мр}, S_r \leq 50\%$ на уровне ПДК

$ПО = ПДК_{мр}, S_r \leq 25\%$ на уровне ПДК

Категория «Отбор проб в замкнутые емкости и поглотительные среды»

Если примеси газообразные или парообразные, то отбор проб осуществляют:

в жидкие поглотительные среды

на твердые сорбенты

на различные фильтрующие материалы

Категория «Адсорбция на твердых сорбентах»

К какому типу сорбентов можно отнести стеклянную крошку, обработанную раствором реагента (например, H_2SO_4) в смеси с глицерином?

Пленочные

Пористые

Непористые

Категория «Улавливание аэрозольных частиц»

Механизм инерционного осаждения аэрозолей на фильтрах наиболее вероятен:

Для больших плотных частиц

Для частиц малого размера

При высоких скоростях воздушного потока

При малых скоростях воздушного потока

Содержание комплексной лабораторной работы по теме «Анализ высокоминерализованной воды»

1. Определение натрия, калия методом эмиссионной фотометрии пламени.
2. Определение общего содержания Zn методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии.
3. Комплексометрическое определение жесткости.
4. Определение хлорид-ионов методом Мора (аргентометрическое титрование с K_2CrO_4).
5. Определение PO_4^{3-} -методом спектрофотометрии.
6. Определение SO_4^{2-} -иона турбидиметрическим методом.

Оценочные материалы в полном объеме содержатся в архивных материалах кафедры аналитической химии и в электронной образовательной среде.

Текущий контроль осуществляется на протяжении периода обучения по дисциплине в рамках организации и проведения лекционных занятий, лабораторных работ, самостоятельной работы студентов путём контроля выполнения теоретических и расчётных заданий, сдачи коллоквиума по лекционному материалу и основным расчётам результатов анализа с учетом пробоподготовки.

Шкала оценивания по видам оценочных средств:

№	Виды оценочных средств	Количество баллов при выполнении % задания		
		90-100 %	75-89 %	60-74 %
1	Коллоквиум	10	8	6
2	Контрольная	10	8	6
3	ИЗ Анализ цветных и редких металлов и сплавов	5	4	3
4	ИЗ Анализ вод	5	4	3
5	ИЗ Анализ почв и донных отложений	5	4	3
6	ИЗ Анализ веществ высокой чистоты	5	4	3
7	Тест Анализ воздуха	10	8	6
8	Лабораторная работа Анализ реального объекта	10	8	6

Если общее количество баллов за оценочное средство текущего контроля составляет менее 60 % (36 баллов) – работа считается не выполненной.

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

Зачет с оценкой проводится в письменной форме по билетам. Билет содержит 3 задания. Два теоретических вопроса и одна задача. Продолжительность зачета 1,5 часа.

Одно задание теоретического характера носит проблемный характер и предполагает ответ в развёрнутой форме, проверяющее ИОПК 1.1, ИОПК 1.2.

Второе задание направлено на оценку сформированности ИОПК 1.2 и ИОПК 1.1, предполагает знание методов количественного анализа и умение обоснованного выбора необходимого варианта для решения поставленной практической задачи.

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

Примерный перечень теоретических вопросов:

1. Химико-аналитический контроль реальных объектов и его роль в промышленности, сельском хозяйстве, медицине, геологии, охране окружающей среды.

2. Методы интенсификации пробоподготовки. Использование высокоагрессивных сред, повышенных температур и давления, катализаторов, наложения внешних физических полей.

3. Представительная проба, способы её получения. Факторы, определяющие размер пробы. Для анализа воды в р. Томь необходимо провести отбор проб. Укажите особенности отбора жидких проб и источники погрешностей на этой стадии.

4. Для определения постоянной примеси в железном сплаве (Р) необходимо перевести его в раствор. Какой из способов (кислотное, термическое разложение, сплавление, спекание) более предпочтителен? Какие источники погрешностей могут при этом возникнуть?

5. Водная вытяжка из почв, как ее приготовить? Приведите схему анализа водной вытяжки на содержание Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , Na^+ , K^+ . Охарактеризуйте сущность методов их определения.

Примеры задач:

1. Две навески стекла массой по 0,1000 г растворили в смеси H_2SO_4 и HF . Полученные растворы выпарили досуха, остатки растворили в HCl (разб.), перенесли в мерные колбы емкостью 250,0 мл и разбавили до метки этим же раствором HCl , предварительно добавив в одну из колб стандартный раствор NaCl с содержанием 1,25 мг Na . Рассчитайте массовую долю (%) Na в стекле, если при пламенно-эмиссионном определении Na сигнал от пробы 35,0 условных единиц, а от пробы с добавкой – 56,5.

2. При определении Cu^{2+} минерализовали 50,0 г мяса птицы. Отобрали 1/5 часть полученного минерализата, после растворения в воде перенесли в мерную колбу вместимостью 200,0 см^3 . Для анализа 10,0 см^3 полученного раствора поместили в мерную колбу вместимостью 100,0 см^3 . После разбавления водой до метки и фотометрирования атомное поглощения раствора составило 15,0 единиц шкалы атомного абсорбционного спектрометра. Поглощение стандартного раствора соли Cu^{2+} с концентрацией 1,0 мкг/см^3 составило 20,0 единиц шкалы прибора. Вычислить содержание Cu^{2+} в мясе птицы.

3. Кальций в воздухе рабочей зоны свеклосахарного производства определили методом эмиссионной фотометрии пламени. Для этого воздух ($V = 100 \text{ дм}^3$) пропустили через кислотную ловушку, получили 500 см^3 раствора хлорида кальция. При фотометрировании стандартного раствора с концентрацией Ca^{2+} равной 5,0 мг/см^3 , сила фототока равна 32 мА. Сила фототока анализируемой пробы $I = 70 \text{ мА}$. Рассчитать содержание кальция (в пересчете на CaO) в воздухе рабочей зоны.

4. В 1 см^3 стандартного раствора содержится 2,0 мкг Mg^{2+} . При внесении аэрозоля этого раствора в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра поглощение составило

81,0 деление шкалы. При определении Mg^{2+} в сахаре-сырце навеску продукта ($m = 0,5008$ г) поместили в мерную колбу вместимостью $200,0\text{ см}^3$. Для анализа взяли $5,00\text{ см}^3$ раствора, перенесли в мерную колбу вместимостью $50,0\text{ см}^3$, разбавили водой до метки. При $285,2\text{ нм}$ атомное поглощение полученного раствора составило 62,0 единицы шкалы атомно-абсорбционного спектрофотометра. Вычислить массовую долю Mg^{2+} в сахаре сырце.

5. Вытяжку из мясного фарша, содержащего нитрит натрия, пропустили через колонку, заполненную сильноосновным анионитом АВ-17 в OH^- - форме. Колонку промыли водой до нейтральной среды по фенолфталеину. Элюат и промывные воды собрали в коническую колбу. На титрование полученного раствора затратили $5,12\text{ мл}$ раствора $0,01\text{ M}$ HCl . Составьте уравнения реакций и найдите массу нитрита (NO_2^-) в вытяжке (элюате).

Оценка за выполнение заданий имеет удельный вес в зависимости от его сложности и трудоёмкости и выражается в баллах. Максимальное количество баллов за 3 задания – 40 (на промежуточную аттестацию отводится 40% рейтинга). Два теоретических вопроса (20 баллов, по 10 баллов за каждый вопрос) и одна задача (20 баллов).

Ниже приводится шкала баллов и критерии оценивания итогового контроля (промежуточной аттестации):

Количество баллов	Критерии оценивания
34-40 баллов	Даны правильные ответы на все теоретические вопросы и правильно решена задача
28-33 баллов	Допущены незначительные ошибки в обсуждении теоретических вопросов или решении задачи
22 – 27 баллов	Допущены принципиальные ошибки в обсуждении теоретических вопросов или решении задачи
Менее 22 баллов	Отсутствует понимание теоретических вопросов и решения задачи

Результаты промежуточной аттестации зависят и учитывают результаты текущего контроля. Результаты зачета с оценкой определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Ниже приводится шкала перевода суммы баллов по промежуточному и текущему контролю в оценки:

Общее количество баллов по промежуточному и текущему контролю	Оценка	Уровень сформированности компетенций
90–100 баллов	отлично	Компетенции сформированы полностью
75–89 баллов	хорошо	Компетенции сформированы частично
55 – 74 баллов	удовлетворит.	Компетенции сформированы фрагментарно
Менее 55 баллов	неудовлетворит.	Компетенции не сформированы, рекомендуется повторное освоение дисциплины

Информация о разработчиках

Саранчина Надежда Васильевна канд. хим. наук, кафедра аналитической химии химического факультета Национального Исследовательского Томского государственного университета, доцент.