

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

**Методы исследования многокомпонентных систем
Модуль 2. Хроматография**

по специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Специализация:

Фундаментальная и прикладная химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Химик / Химик-специалист. Преподаватель химии

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 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.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

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.

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

– контрольная работа проверяющая – ПК 1 (РОПК 1.2), ОПК 1 (РООПК 1.2, РООПК 1.3), ОПК 2 (РООПК 2.2)

1. Расчет методом абсолютной калибровки.

Определяемые компоненты: метан (м), азот (а), моноокись углерода (у).

Абсолютные калибровочные коэффициенты (% об): для азота $k(a) = 2,54 \cdot 10^{-3}$, для метана $k(m) = 3,95 \cdot 10^{-3}$, для окиси углерода $k(y) = 7,71 \cdot 10^{-3}$.

Площади пиков (мм^2): для азота - 160, для метана - 480, для окиси углерода - 60.

Объем вводимой пробы: $V_n = 3,08$ мл.

А) Рассчитать процентное содержание компонентов газовой смеси методом абсолютной калибровки.

Б) Рассчитать процентное содержание компонентов газовой смеси методом внутренней нормализации.

2. Расчет методом внутреннего стандарта.

Анализируемая смесь: бензол (б), толуол (т), ксилол (к). Внутренний стандарт н-нонан (н).

Относительные калибровочные коэффициенты по отношению к нонану (% масс.): бензол $k(б/н)= 1,03$, толуол $k(т/н)= 1,05$, ксилол $k(к/н)= 1,12$, нонан $k(н/н)= 1,00$.

Навеска пробы: $M_p= 1,006$ г, навеска стандарта нонана $M_c= 0,102$ г.

Площади пиков: бензол - 17 000, толуол - 4080, ксилол - 1520, нонан - 2520.

Рассчитать процентные концентрации методом внутреннего стандарта: бензола, толуола, ксилола.

3. Расчет методом внутренней нормализации.

Анализируемая смесь – смесь легких пиридиновых оснований, определяемые компоненты: пиридин (п), α -пиколин (а), 2,6-лутидин (л), β -пиколин (б), γ -пиколин (г).

Относительные калибровочные коэффициенты по отношению к пиридину (масс.): пиридин $k(п/п)= 1,0$, α -пиколин $k(а/п)= 0,99$, 2,6-лутидин $k(л/п)= 1,02$, β -пиколин $k(б/п)= 1,02$, γ -пиколин $k(г/п)= 1,04$.

Площади пиков (мв•с): пиридин - 882, α -пиколин - 5060, 2,6-лутидин - 170, β -пиколин - 165, γ -пиколин - 137.

Рассчитать процентное содержание компонентов методом внутренней нормализации.

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

Экзамен в восьмом семестре проводится в устной форме по билетам. Билет включает в себя два вопроса: первый проверяющий – ОПК 1 (РООПК 1.1.), – ОПК 2 (РООПК 2.3), ПК 1 (РОПК 1.1); второй проверяющий – ПК-1 (РОПК 1.2), ОПК 1 (РООПК 1.2, РООПК 1.3), ОПК 2 (РООПК 2.2). Продолжительность экзамена 1,5 часа.

Вопросы определяющие РООПК 1.1, РООПК 2.3, РОПК 1.1

1. Физико-химические основы хроматографического процесса. Терминология и классификация в хроматографии.

2. Классификация по методам: проявительная (элюентная) хроматография, вытеснительная хроматография, фронтальная хроматография.

3. Классификация по механизму: адсорбционная, распределительная, ионообменная, проникающая хроматография.

4. Классификация по формам осуществления: колоночная, бумажная, тонкослойная хроматография, хроматография в открытой трубке, капиллярная хроматография.

5. Теория газожидкостной хроматографии. Коэффициент и изотерма распределения. Процессы, протекающие в хроматографической колонке. Понятие теоретической тарелки. Уравнение Ван-Деемтера.

6. Теория хроматографического разделения газо-адсорбционным методом. Влияние адсорбента. Дисперсность адсорбента. Эффективность адсорбции.

7. Подвижная фаза. Сжимаемость газа-носителя. Оптимальная линейная скорость. Влияние природы газа-носителя на эффективность разделения.

8. Твердые носители. Влияние дисперсности носителя на разделение. Полярность носителя. Твердые носители, применение в хроматографии.

9. Неподвижная фаза (НФ). Селективность НФ. Требования к НФ. Классификация НФ. Полярность колонки. Некоторые указания к выбору НФ. Особоселективные фазы. Количество НФ. Эффективность колонки.

10. Адсорбенты. Молекулярные сита. Силикагель. Углеродные адсорбенты. Пористые полимеры.

11. Выбор оптимальных условий для хроматографического разделения. Температура колонки и испарителя. Скорость газов.

12. Хроматограф. Принципиальная схема современного хроматографа. Колонки. Детекторы. Катарометр. Пламенно-ионизационный детектор. Селективные детекторы.
13. Качественный анализ. Хроматографическая идентификация. Величина удерживания. Индексы удерживания.
14. Количественный анализ. Возможные источники ошибок. Методика ввода пробы. Методы количественного расчета. Нормировка площадей. Абсолютная калибровка. Метод внутреннего стандарта. Поправочные коэффициенты. Интегрирование.
15. Физико-химические измерения методом газовой хроматографии.
16. Классификация методов жидкостной хроматографии. Варианты жидкостной хроматографии по механизму удерживания.
17. Колоночная жидкостная хроматография.
18. Планарная жидкостная хроматография.
19. Хроматографическая колонка, свойства сорбентов. Профиль хроматографического тракта.
20. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Детекторы.

Вопросы определяющие РООПК 1.3, РООПК 1.2, РООПК 2.2. РОПК 1.2 Методы расчета состава анализируемой смеси по хроматограммам - абсолютной калибровки

Методы расчета состава анализируемой смеси по хроматограммам - внутренней нормализацией

Методы расчета состава анализируемой смеси по хроматограммам- внутреннего стандарта

Методы расчета состава анализируемой смеси по хроматограммам- стандартной добавки

Методы расчета состава анализируемой смеси по хроматограммам – постоянной дозы

Основы работы в ПО «Хроматэк – Аналитик 3.5»

Основы работы в ПО «Хроматэк – Аналитик 2.5»

Основы работы в ПО «Хроматэк Газ»

Основы работы в ПО «Дистилляция»

Основы работы в ПО «Хроматэк – Газолин»

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

«отлично» - студент демонстрирует знание теоретических основ хроматографии, даны полные и правильные ответы на все вопросы, выполнена практическая часть билета

«хорошо» - ответ содержит несущественные фактические ошибки, практическая часть билета выполнена правильно

«удовлетворительно» - отсутствует ответ на первый вопрос дан не развернуто, в выполнении практической части допущены ошибки

«неудовлетворительно» - нет ответа на первый вопрос, практическая часть не выполнена.

Информация о разработчиках

Автор программы: Галанов Сергей Иванович, канд. хим. наук, доцент, кафедра неорганической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.

Рецензент: Мишенина Людмила Николаевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра неорганической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент