

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

Физико-химические методы анализа органических соединений и фармацевтических субстанций

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;

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:

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 2.1 Знает стандартные приемы и операции, используемые при получении веществ неорганической и органической природы

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

РОПК 6.2 Умеет составлять протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

- контрольная работа;
- устный опрос;
- отчёт по лабораторной работе.

Контрольная работа (РООПК 1.1, РООПК 1.2, РОПК 1.1)

Контрольная работа состоит из 3 вопросов. Первый — теоретический, второй и третий – расчёты.

Пример контрольной работы:

1. Дайте развёрнутый ответ на вопрос

а) Сформулируйте понятия об оптической плотности и пропускании.

Определите пределы изменения этих величин.

б) Опишите основные узлы блок-схемы для проведения молекулярного абсорбционного анализа

2. Оптическая плотность раствора, содержащего 0,48 мг вещества А в 250,0 мл при толщине слоя кюветы 1,00 см, равна 0,140. Вычислить молярный коэффициент поглощения вещества А. Молярная масса соединения — 212 г/моль

3. Начертите спектр поглощения раствора вещества А с концентрацией $5,8 \times 10^{-4}$ М. Какую длину волну стоит выбрать для проведения количественного анализа? Коэффициенты поглощения представлены в таблице.

Длина волны	Молярный коэффициент поглощения	Длина волны	Молярный коэффициент поглощения
400	893	560	440
420	940	580	297
440	955	600	167
460	936	620	39,7
480	874	640	3,45
500	795	660	0
520	691	680	0
540	574	700	0

Критерии оценивания:

Результаты контрольной работы определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Оценка «отлично» выставляется, если даны правильные ответы на все теоретические вопросы и все задачи решены без ошибок.

Оценка «хорошо» выставляется, если студент допустил незначительные ошибки в расчетах, предоставил развёрнутые ответы на теоретические вопросы с незначительными недочётами.

Оценка «удовлетворительно» выставляется, если студент допустил грубые ошибки в теоретических вопросах, не решил расчётные задачи.

Оценка «неудовлетворительно» выставляется, если студент не ответил на вопросы или продемонстрировал полное незнание основ метода и способов решения расчётных задач.

Устный опрос (РООПК 1.1, РОПК 1.1)

Примерный перечень вопросов для устного опроса:

– Раскройте ограничения при использовании закона Бугера-Ламберта-Бэра

– Раскройте влияние температуры на время удерживания веществ в газовой хроматографии

– Поясните роль источника излучения в однолучевом спектрофотометре

Поясните почему срок хранения раствора гидроксида натрия составляет не более 14 дней

– Раскройте процедуру проведения стандартизации и установления поправочного коэффициента для 0,1 н раствора соляной кислоты

Студенту засчитывается ответ на вопрос, если он продемонстрировал глубокие знания в ходе ответа, сам ответ студент выдал в логичной форме. В остальных случаях, студента получает не зачёт по вопросу.

Примерные темы лабораторных работ:

«Определение содержания нитрофураля в препарате методом УФ-спектрофотометрии»

«Определение подлинности лекарственного средства методом УФ- и видимой спектрофотометрии»

«Определение содержания остаточных органических соединений методом газовой хроматографии»

«Определение содержания борной кислоты методом кислотно-основного титрования»

Отчёт по лабораторной работе

Оценка «отлично» — студент в ходе лабораторной работе выполняет опыты с соблюдением всех требований, отчёт представлен аккуратно со всеми записями хода работы, представлены первичные данные и ход их обработки.

Оценка «хорошо» — студент в ходе работы допускает незначительные ошибки; в отчете допущены незначительные ошибки.

Оценка «удовлетворительно» — студент в ходе лабораторной работы допускает одну-две грубые ошибки; в отчете представлены не все данные о проведении опыта или допущены ошибки при расчётах.

Оценка «неудовлетворительно» — студент выполнил не все представленные опыты, отчет не структурирован и нелогичен.

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

Экзамен в седьмом семестре проводится в письменной форме по билетам. Экзаменационный билет состоит из трех частей. Продолжительность экзамена 1,5 часа.

Первая часть представляет собой 3 вопроса, проверяющих РООПК 1.1, РООПК 2.1, РООПК 2.2. Ответы на вопросы первой части даются путем развернутого ответа.

Вторая часть содержит один вопрос, проверяющий РООПК 1.2, РОПК 1.3, РОПК 1.1, РОПК 1.2. Ответ на вопрос второй части дается в развернутой форме.

Примерный перечень теоретических вопросов

1. Аналитические возможности спектрофотометрического анализа в ультрафиолетовом и видимом спектре в фармацевтическом анализе. Достоинства и недостатки спектрофотометрического метода анализа.

2. Модель теоретических тарелок Мартина-Синджа. Условия, при которых модель работает. Допущения. Эффективность хроматографической системы N, высота колонки эквивалентная одной воображаемой тарелке Н.Е.Т.Р., удельная эффективность колонки N/L. Взаимосвязь этих величин. Как регулировать параметры?

3. Сущность титrimетрических методов анализа: основные понятия, закон эквивалентов. Требования к реакциям, используемым в титриметрии. Классификация титриметрических методов анализа.

Примеры задач:

1. Рассчитайте разрешение для двух пиков, время выхода первого 1,55 мин, ширина на полувысоте 0,0355 мин, время выхода второго пика 2,17 мин, ширина на полувысоте 0,055 мин.

2. Около 0,06 г цианокобаламина поместили в мерную колбу вместимостью 100 мл и довели объем водой до метки. 2 мл полученного раствора перенесли в мерную колбу вместимостью 50 мл, довели раствор до метки водой и измерили оптическую плотность при 361 нм. Рассчитайте содержание цианокобаламина в субстанции в %, если оптическая

плотность испытуемого раствора равна 0,397, оптическая плотность ГСО (0,00002 г/мл) составила 0,301.

3. Рассчитайте, какую навеску таблеток кальция глюконата необходимо взять, чтобы на титрование было израсходовано 16,4 мл 0,05 М ($K=0,98$) раствора натрия эдетата (Трилона Б). 1 мл 0,05 М раствора натрия эдетата соответствует 22,42 мг кальция глюконата моногидрата $C_{12}H_{22}O_{14}Ca \cdot H_2O$.

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

оценку «отлично» заслуживает студент, освоивший знания, умения, компетенции и теоретический материал без пробелов; практические навыки профессионального применения освоенных знаний сформированы. Студент демонстрирует глубокие исчерпывающие знания всего теоретического материала; предоставляет логически последовательные, полные, правильные и конкретные ответы на вопросы экзаменационного билета и дополнительные вопросы. Студент оперирует в необходимой мере в ответах терминологии дисциплины, представленной в рекомендуемых учебных пособиях и дополнительной литературе.

оценку «хорошо» заслуживает студент, практически полностью освоивший знания, умения, компетенции и теоретический материал, в основном сформировал практические навыки. Студент хорошо владеет теоретическим материалом, знает базовые основы химического анализа.

оценку «удовлетворительно» заслуживает студент, частично с пробелами освоивший знания, умения, компетенции и теоретический материал, некоторые практические навыки не сформированы. Студент знает базовые аналитические методы, однако плохо разбирается в изучаемых методах и механизмах основных реакций.

оценку «неудовлетворительно» заслуживает студент, не освоивший знания, умения, компетенции и теоретический материал, практические навыки не сформированы. Наблюдаются существенные ошибки при обсуждении основ изучаемых методов.

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

Тест (РООПК 1.1, РООПК 1.2, РООПК 1.3, РООПК 2.2)

1. Наименьшую длину волн из перечисленных ниже видов электромагнитного излучения имеет
 - 1) видимое
 - 2) рентгеновское
 - 3) ультрафиолетовое
 - 4) инфракрасное
2. От чего зависит значение молярного коэффициента светопоглощения?
 - 1) от концентрации определяемого компонента,
 - 2) от толщины светопоглащающего слоя,
 - 3) от наличия примесей, присутствующих в растворе,
 - 4) от природы определяемого компонента.

Ключи: 1 2), 2 4).

Задачи (РОПК 1.1, РОПК 1.2, РОПК 6.1, РОПК 6.2)

Задача 1

Оптическая плотность раствора, содержащего 0,48 мг вещества А в 250,0 мл при толщине слоя кюветы 1,00 см, равна 0,140. Вычислить молярный коэффициент поглощения вещества А. Молярная масса соединения — 212 г/моль.

Задача 2 (РОПК 6.2)

Навеску $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$ массой 0,6000 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование первой аликвоты 20,00 мл полученного раствора израсходовано 18,34 мл NaOH , на второй (20,00 мл) — 18,36 мл, и третьей (20,00 мл) — 18,36 мл. Определить молярную концентрацию раствора NaOH . Составьте протокол испытаний образца.

Ответы:

Задача 1. 15 458

Задача 2. 0,1083 моль/л

Информация о разработчиках

Кургачев Дмитрий Андреевич, к.х.н., лаборатория физико-химических методов анализа ТГУ, зам. заведующего;

Селихова Наталья Юрьевна, к.х.н., лаборатория физико-химических методов анализа ТГУ, с.н.с.;

Михальченков Марк Васильевич, лаборатория физико-химических методов анализа ТГУ, м.н.с

Понарин Никита Владимирович, лаборатория физико-химических методов анализа ТГУ, м.н.с.