

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

Химический факультет



УТВЕРЖДАЮ:

И.о. декана ХФ

А.С. Князев

04 20 22 г.

Фонд оценочных средств

Хроматографические методы

по специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Специализация:

«Фундаментальная и прикладная химия»

Форма обучения

Очная

Квалификация

Химик. Преподаватель химии

Год приема

2021

Код дисциплины в учебном плане: Б1.В.1.ДВ.01.01.02

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковников В.В. Шелковников

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина Л.Н. Мишенина

Томск – 2022

1 Паспорт фонда оценочных средств

Направление подготовки	04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
Дисциплина	Хроматографические методы
Семестр обучения	7
Общий объем дисциплины, ЗЕ	4
Формы текущего контроля	устный опрос/ отчет по лабораторной работе /коллоквиум
Форма промежуточной аттестации	экзамен

Оценивание результатов учебной деятельности обучающихся при изучении дисциплины осуществляется по текущему контролю и промежуточной аттестации

2 Перечень формируемых компетенций и уровни их освоения

Изучение дисциплины «Хроматографические методы» направлено на формирование следующих компетенций:

Коды и содержание компетенций по СУОС	Индикаторы достижения компетенций согласно ООП	Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине	
ОПК-1. Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.	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.	<i>Допороговый уровень</i>	Не способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений, формулировать заключения и выводы.
		<i>Пороговый уровень</i> <i>Достаточный уровень</i>	Способен анализировать и предложить интерпретацию результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений, но затрудняется формулировать заключения и выводы.
		<i>Достаточный уровень</i>	Способен анализировать и интерпретировать результаты собственных химических экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии, но затрудняется самостоятельно формулировать заключения и выводы.

	ИОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.	<i>Продвинутый уровень</i>	Способен анализировать и интерпретировать результаты собственных химических экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии, самостоятельно формулировать заключения и выводы.
ОПК-2. Способен проводить химический эксперимент с использованием современного оборудования, соблюдая нормы техники безопасности.	ИОПК-2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.	<i>Допороговый уровень</i>	Не способен работать с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.
	ИОПК-2.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач профессиональной деятельности.	<i>Пороговый уровень</i>	Способен работать с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности, но в ряде случаев допускает ошибки.
	ИОПК-2.3. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования.	<i>Достаточный уровень</i>	Способен работать с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности, в редких случаях допускает ошибки.
		<i>Продвинутый уровень</i>	Способен работать с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности, практически не допускает ошибок.
ПК 1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских	ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные	<i>Допороговый уровень</i>	Не способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения поставленных задач, готовить объекты исследования.

задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.	планы отдельных стадий. ИПК-1.2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.	<i>Пороговый уровень</i>	Затрудняется самостоятельно выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения поставленных задач, готовить объекты исследования.
		<i>Достаточный уровень</i>	Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения поставленных задач, но требуется консультация преподавателя, готовить объекты исследования.
		<i>Продвинутый уровень</i>	Способен самостоятельно выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения поставленных задач, готовить объекты исследования.

Уровни и шкала оценивания сформированности компетенций:

Допороговый уровень	Соответствует оценке «неудовлетворительно», предполагает несформированность компетенций на достаточном уровне.
Пороговый уровень	Соответствует оценке «удовлетворительно», предполагает сформированность компетенций на достаточном уровне.
Достаточный уровень	Соответствует оценке «хорошо», предполагает сформированность компетенций на достаточно хорошем уровне.
Подвинутый уровень	Соответствует оценке «отлично», предполагает сформированность компетенций на высоком уровне.

2 Этапы формирования компетенций и оценочные средства (текущая аттестация)

2.1 Виды оценочных средств

№	Контролируемые темы/разделы	Наименование оценочного средства для текущего контроля	Код индикатора достижения компетенции согласно ОПП
1	Тема 1. Введение. Теории хроматографического разделения	Коллоквиум	ИОПК 1.3.
2	Тема 2. Газовая хроматография	Устный опрос/ отчет по лабораторной работе	ИОПК 1.2. ИОПК 2.1.

3	Тема 3. Жидкостная хроматография	Устный опрос/ отчет по лабораторной работе/коллоквиум	ИОПК 1.1. ИОПК 2.1.
4	Тема 4. Плоскостная хроматография	Устный опрос/ отчет по лабораторной работе	ИПК 1.1. ИПК 1.2.

2.2 Содержание оценочных средств

Примеры вопросов для устного опроса:

1. Каковы основные характеристики хроматографического пика?
2. Почему предпочитают использовать величину исправленного времени удерживания, а не время удерживания?
3. Какие величины характеризуют эффективность хроматографической колонки? Как её повысить?
4. Какие экспериментальные характеристики необходимы для расчета степени разрешения веществ?
5. Каковы основные причины размывания хроматографических пиков?
6. Какие хроматографические параметры можно использовать для идентификации компонентов смеси?
7. Укажите возможности и ограничения разных количественных методов хроматографического анализа.
8. Какие детекторы используются в газовой хроматографии? Сравните их по чувствительности, избирательности, специфичности.
9. Какое основное свойство неподвижных жидких фаз используется при ее выборе?
10. Почему для идентификации веществ надежнее использовать индексы Ковача?
11. Каковы области применения газоадсорбционной и газожидкостной хроматографии?
12. На чем основан метод ионообменной хроматографии?
13. Каково строение ионообменной матрицы?
14. Как классифицируют ионообменники по кислотно-основным свойствам?
15. Что такое набухаемость ионообменников? От каких факторов она зависит?
16. Какими методами определяют емкость ионообменников? В каких единицах ее выражают?
17. Какие ионообменные реакции протекают на анионообменнике при поглощении ионов Cl^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} ?
18. Как определяют константу диссоциации функциональных групп ионообменника?
19. Какими количественными характеристиками описывают равновесие ионного обмена?
20. Укажите пути повышения селективности ионного обмена.

Примеры билетов для коллоквиума:

Билет 1

1. При изучении кинетики обмена ионов А и В на ионообменнике было установлено, что скорость процесса для иона А сильно зависит от радиуса зерна ионита, а для иона В – от скорости перемешивания раствора. Какие стадии могут лимитировать процесс? Какие условия ионного обмена и каким образом нужно изменить, чтобы повысить скорость данных процессов? (14 б.)
2. Приведите реакции, отражающие синтез анионообменника АВ-17-8. Каким методом осуществляют синтез? Какова структура данного ионообменника? (8 б.)

3. Методы определения полной обменной ёмкости ионообменников. Суть методов и методик. Какой метод является более точным? (8 б.)
4. Навеску CaCO_3 ($m=0,0250$ г) растворили в HCl и разбавили водой до 50 мл. К полученному раствору добавили 1 г сухого катионита в H^+ - форме. После установления равновесия на титрование 25 мл раствора затратили 13,60 мл 0,001 М раствора комплексона III. Рассчитайте коэффициент распределения Ca^{2+} . (10 б.)

Билет 2

1. Что такое ширина хроматографической полосы? Ее связь с условиями опыта (скорость фильтрации, структура ионита, избирательность) (10 б.).
2. Известно, что синтетические ионообменники получают реакциями поликонденсации или полимеризации. Какой из методов используют для получения катионита КУ-2-8? Укажите условия и соответствующие реакции получения этого катионита (12 б.).
3. Дайте определение набухаемости ионообменников? От каких факторов она зависит, на какие характеристики ионообменников влияет и как определяется? (6 б.)
4. При изучении влияния рН раствора на избирательность сорбции ионов Eu^{3+} катионообменником с $pK_a = 5,8$ были получены коэффициенты распределения РЗЭ в статических условиях при значениях рН 3,0 и 4,5. Для этого 100 мг ионита заливали 10 мл раствора соли металла с концентрацией $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л. По достижении равновесия в растворе определяли концентрацию ионов Eu^{3+} спектрофотометрическим методом с Арсеназо III. Были получены следующие результаты: при рН 3 $[\text{Eu}^{3+}] = 3,8 \cdot 10^{-4}$ моль/л; при рН 4,5 $[\text{Eu}^{3+}] = 2 \cdot 10^{-5}$ моль/л. Рассчитайте D_{Eu} и определите, при каком значении рН избирательность ионита к ионам Eu^{3+} выше и почему? (12 б.).

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

2.3 Методические рекомендации

2.3.1 Порядок проведения текущего контроля

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 домашних заданий, сдачи коллоквиума по лекционному материалу и основным расчётам в хроматографии.

2.3.2 Критерии оценивания по видам оценочных средств

Коллоквиум (40 баллов)

36–40 баллов – «отлично»

30–35 баллов – «хорошо»

24–29 баллов – «удовлетворительно»

<24 баллов – «неудовлетворительно»

3 Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

3.1 Порядок проведения экзамена

Экзамен в 7 семестре 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-1.2.

Третье задание направлено на оценку сформированности ИПК-1.1. 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-1.3. Приводится решение задачи и краткая интерпретация полученных результатов.

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). 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.

3.2 Примеры экзаменационных билетов

Билет 1

1. Какой метод количественного определения веществ в хроматографии является наиболее точным? В чём его суть? Ответ обоснуйте сравнением с другими методами количественного анализа. (10 б.)

2. От чего зависит скорость движения хроматографической зоны вещества по колонке? Какая теория описывает эту закономерность и в чём её суть (выведите уравнение). (14 б.)

3. 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. (10 б.)

4. 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? (6 б.)

Билет 2

1. Какому закону подчиняется распределение концентрации вещества в хроматографической колонке согласно теории тарелок. Представьте графически. Выведите основные уравнения теории тарелок. Недостатки теории? (14 б.)

2. Укажите неподвижную фазу в газо-жидкостной хроматографии. Как её получают? Какой процесс лежит в основе разделения в ГЖХ? (10 б.)

3. Какой вариант хроматографии следует применять для анализа смеси углеводородов (пропан, бутан, гептан, гексан): а) ВЭЖХ; б) газовая хроматография; в) ионообменная хроматография; г) плоскостная хроматография? Ответ обоснуйте. В чём суть метода? Какие НФ, ПФ и детектор можно использовать? (6 б.)

4. При разделении на хроматографической бумаге расстояние от стартовой линии до центра пятна одного из сахаров составило 25,08 мм. Фронт растворителя прошёл 29,5 см. При хроматографировании стандартных растворов сахаров в тех же условиях установили коэффициенты смещения R_f :

Фруктоза	глюкоза	сахароза	арабиноза
0,94	0,85	0,49	0,26

Идентифицируйте сахар в растворе. (10 б.)

Оценочные материалы для промежуточной аттестации в полном объеме содержатся в архивных материалах кафедры аналитической химии

3.3. Критерии оценивания

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

Результаты промежуточной аттестации зависят и учитывают результаты текущего контроля (результат сдачи коллоквиума). Коллоквиум проводится по одному из вариантов жидкостной хроматографии (ионообменной), который исключается из вопросов экзамена. В билете коллоквиума студенту предложено 4 задания (3 задания теоретического характера и 1 расчётная задача). Максимальное количество баллов за 4 задания – 40.

В билете экзамена тоже 4 задания (3 задания теоретического характера и 1 расчётная задача). Максимальное количество баллов за экзамен – 40.

Для окончательной оценки баллы суммируются, т.е. всего 80 баллов.

Соответствие баллов экзаменационной оценке:

72 – 80 баллов – «отлично» (90–100 %)

60 – 71 баллов – «хорошо» (75–89 %)

48 – 59 баллов – «удовлетворительно» (60–74 %)

Менее 48 баллов – «неудовлетворительно» (<60 %)

Составитель:

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