

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» _____ 04 2022 г.

Фонд оценочных средств

Методы приготовления и исследования катализаторов

по направлению подготовки

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

«Химия»

Форма обучения

Очная

Квалификация

Бакалавр

Год приема

2021

Код дисциплины в учебном плане: Б1.В.ДВ.02.05.03

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковников

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина

Томск – 2022

1 Паспорт фонда оценочных средств

Направление подготовки	04.03.01 Химия
Дисциплина	Методы приготовления и исследования катализаторов
Семестр обучения	8
Общий объем дисциплины, ЗЕ	4
Формы текущего контроля	устный опрос, проверочная работа, индивидуальное задание, работа на практических занятиях, тестирование, отчет по лабораторной работе
Форма промежуточной аттестации	Зачет с оценкой

Оценивание результатов учебной деятельности обучающихся при изучении дисциплины осуществляется по балльно-рейтинговой системе по модулю I с учетом текущего контроля и промежуточной аттестации по модулю II.

2 Перечень формируемых компетенций и уровни их освоения

Изучение дисциплины «Методы приготовления и исследования катализаторов» направлено на формирование следующих компетенций:

Коды и содержание компетенций по СУОС	Индикаторы достижения компетенций согласно ООП	Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине	
ОПК-1. Способность анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений.	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>	<i>Знать:</i> не ориентируется в основных методах получения катализаторов, затрудняется в формулировке фундаментальных законов и механизмов, положенных в основу синтеза дисперсных пористых тел заданного химического и фазового состава, получаемых различными методами; не знает особенности хроматографического разделения веществ, классификации, законах протекания хроматографических процессов на различных границах раздела фаз. <i>Уметь:</i> не может решать практические задачи по формированию пористых материалов с заданными текстурными характеристиками и/или фазовым составом

	<p>ИОПК 1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.</p>		<p>методами термического разложения, осаждения, золь-гель синтеза; по приготовлению нанесенных катализаторов методом пропитки. <i>Владеть (обладать навыками):</i> не способен использовать теоретические подходы в области традиционных и современных способов синтеза катализаторов и других дисперсных твердых тел с заданными текстурными характеристиками, химическим и фазовым составом, определяющими функциональные свойства получаемых материалов; не понимает и не способен анализировать методы разделения веществ в зависимости от их физико-химических свойств</p>
		<p><i>Пороговый уровень</i></p>	<p><i>Знать:</i> имеет представление об основных традиционных методах получения катализаторов, а также о фундаментальных законах и механизмах, положенных в основу синтеза дисперсных пористых тел заданного химического и фазового состава, получаемых различными методами; имеет представление об особенностях хроматографического разделения веществ, классификации, законах протекания хроматографических процессов на различных границах раздела фаз. <i>Уметь:</i> решает практические задачи по формированию пористых материалов с заданными текстурными</p>

			<p>характеристиками и/или фазовым составом методами термического разложения, осаждения, золь-гель синтеза; по приготовлению нанесенных катализаторов методом пропитки, но делает много ошибок.</p> <p><i>Владеть (обладать навыками):</i> владеет основными теоретическими подходами в области традиционных и современных способов синтеза катализаторов и других дисперсных твердых тел с заданными текстурными характеристиками, химическим и фазовым составом, определяющими функциональные свойства получаемых материалов, но допускает много ошибок при их использовании.</p>
		<p><i>Достаточный уровень</i></p>	<p><i>Знать:</i> знает основные традиционные методы получения катализаторов, фундаментальные законы и механизмы, положенные в основу синтеза дисперсных пористых тел заданного химического и фазового состава, получаемых различными методами, но при ответах допускает некоторые неточности.</p> <p><i>Уметь:</i> решает практические задачи по формированию пористых материалов с заданными текстурными характеристиками и/или фазовым составом методами термического разложения, осаждения, золь-гель синтеза; по приготовлению нанесенных катализаторов методом пропитки, но совершает</p>

		<p>небольшие ошибки в расчетах. <i>Владеть (обладать навыками):</i> хорошо владеет теоретическими подходами в области традиционных и современных способов синтеза катализаторов и других дисперсных твердых тел с заданными текстурными характеристиками, химическим и фазовым составом, определяющими функциональные свойства получаемых материалов, но допускает некоторые ошибки при их использовании.</p>
	<p><i>Продвинутый уровень</i></p>	<p><i>Знать:</i> превосходно знает традиционные методы получения катализаторов, а также фундаментальные законы и механизмы, положенные в основу синтеза дисперсных пористых тел заданного химического и фазового состава, получаемых различными методами. <i>Уметь:</i> не может решать практические задачи по формированию пористых материалов с заданными текстурными характеристиками и/или фазовым составом методами термического разложения, осаждения, золь-гель синтеза; по приготовлению нанесенных катализаторов методом пропитки. <i>Владеть (обладать навыками):</i> отлично владеет теоретическими подходами в области традиционных и современных способов синтеза катализаторов и других дисперсных твердых тел с заданными</p>

			<p>текстурными характеристиками, химическим и фазовым составом, определяющими функциональные свойства получаемых материалов.</p>
<p>ОПК-2. Способность проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием.</p>	<p>ИОПК 2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.</p> <p>ИОПК 2.2. Проводит синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик.</p> <p>ИОПК 2.3. Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе.</p>	<p><i>Допороговый уровень</i></p>	<p><i>Знать:</i> не знает методологические подходы к приготовлению носителей, адсорбентов и катализаторов с использованием традиционных методов их приготовления.</p> <p><i>Уметь:</i> не может проводить безопасные химические эксперименты; не способен после небольшого дополнительного обучения проводить самостоятельные анализы с использованием современного оборудования; не способен после дополнительного обучения проводить синтез катализаторов с использованием традиционных методов.</p> <p><i>Владеть (обладать навыками):</i> не способен проводить необходимые эксперименты по предлагаемым методикам по качественному и количественному определению веществ и соединений; производить расчеты характеризующих параметров.</p>
		<p><i>Пороговый уровень</i></p>	<p><i>Знать:</i> имеет представления о методологических подходы к приготовлению носителей, адсорбентов и катализаторов с использованием традиционных методов их приготовления, но неуверенно их излагает.</p> <p><i>Уметь:</i> может проводить химические эксперименты</p>

		<p>безопасные; способен после небольшого дополнительного обучения проводить самостоятельные анализы с использованием современного оборудования в присутствие квалифицированного специалиста; может после дополнительного обучения проводить синтез катализаторов с использованием традиционных методов в присутствие квалифицированного специалиста.</p> <p><i>Владеть (обладать навыками):</i> способен проводить необходимые эксперименты по предлагаемым методикам по качественному и количественному определению веществ и соединений; производить расчеты характеризующих параметров, но допускает много ошибок.</p>
	<p><i>Достаточный уровень</i></p>	<p><i>Знать:</i> знает методологических подходы к приготовлению носителей, адсорбентов и катализаторов с использованием традиционных методов их приготовления, но допускает некоторые неточности.</p> <p><i>Уметь:</i> может проводить безопасные химические эксперименты; способен после небольшого дополнительного обучения проводить самостоятельные анализы с использованием современного оборудования, но совершает некоторые неточности; может после дополнительного обучения</p>

		<p>проводить синтез катализаторов с использованием традиционных методов, но требует контроля на различных этапах приготовления.</p> <p><i>Владеть (обладать навыками):</i> способен проводить необходимые эксперименты по предлагаемым методикам по качественному и количественному определению веществ и соединений; производить расчеты характеризующих параметров, но делает небольшие ошибки.</p>
	<p><i>Продвинутый уровень</i></p>	<p><i>Знать:</i> прекрасно знает методологические подходы к приготовлению носителей, адсорбентов и катализаторов с использованием традиционных методов их приготовления.</p> <p><i>Уметь:</i> может проводить безопасные химические эксперименты; способен после небольшого дополнительного обучения самостоятельно проводить самостоятельные анализы с использованием современного оборудования; может после дополнительного обучения самостоятельно проводить синтез катализаторов с использованием традиционных методов.</p> <p><i>Владеть (обладать навыками):</i> способен проводить необходимые эксперименты по предлагаемым методикам по качественному и количественному определению веществ и соединений; производить</p>

			расчеты характеризующих параметров.
ПК-1. Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации.	ИПК-1.1. Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР. ИПК-1.3. Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР.	Допороговый уровень	<i>Уметь:</i> не может самостоятельно ставить задачи синтеза, решаемые посредством выбора природы, химического состава, способа и условий приготовления требуемого материала, выбирать оптимальные пути и методы решения подобных задач как экспериментальных, так и теоретических; не может проводить необходимую идентификацию веществ и соединений, их свойств, выбирая для этого подходящие методы. <i>Владеть (обладать навыками):</i> не имеет навыков использования фундаментальных химических понятий при решении теоретических и экспериментальных задач при хроматографическом анализе.
		Пороговый уровень	<i>Уметь:</i> испытывает трудности при самостоятельной постановке задач синтеза, решаемых посредством выбора природы, химического состава, способа и условий приготовления требуемого материала, совершает много ошибок при выборе оптимальных путей и методов решения подобных задач; проводит необходимую идентификацию веществ и соединений, их свойств, но затрудняется с выбором подходящих методов и совершает много ошибок. <i>Владеть (обладать навыками):</i> имеет навыки использования

			<p>фундаментальных химических понятий при решении теоретических и экспериментальных задач при хроматографическом анализе, но совершает много ошибок.</p>
		Достаточный уровень	<p><i>Уметь:</i> умеет самостоятельно ставить задачи синтеза, решаемые посредством выбора природы, химического состава, способа и условий приготовления требуемого материала, выбирать оптимальные пути и методы решения подобных задач как экспериментальных, так и теоретических, но допускает некоторые ошибки; проводит необходимую идентификацию веществ и соединений, их свойств, выбирая для этого подходящие методы, но совершает незначительные ошибки.</p> <p><i>Владеть (обладать навыками):</i> использует фундаментальные химические понятия при решении теоретических и экспериментальных задач при хроматографическом анализе, но совершает небольшие ошибки.</p>
		Продвинутый уровень	<p><i>Уметь:</i> способен самостоятельно ставить задачи синтеза, решаемые посредством выбора природы, химического состава, способа и условий приготовления требуемого материала, выбирать оптимальные пути и методы решения подобных задач как экспериментальных; проводит необходимую идентификацию веществ и</p>

			соединений, их свойств, выбирая для этого подходящие методы. <i>Владеть (обладать навыками):</i> использует фундаментальные химические понятия при решении теоретических и экспериментальных задач при хроматографическом анализе.
--	--	--	---

Уровни и шкала оценивания сформированности компетенций

Допороговый уровень	Соответствует оценке «неудовлетворительно», предполагает несформированность компетенций на достаточном уровне. Студент имеет пробелы по отдельным теоретическим разделам и не владеет основными умениями и навыками.
Пороговый уровень	Соответствует оценке «удовлетворительно», предполагает сформированность компетенций на достаточном уровне. Студент имеет недостаточно глубокие знания по отдельным теоретическим разделам, показал не все основные умения и навыки.
Достаточный уровень	Соответствует оценке «хорошо», предполагает сформированность компетенций на достаточно хорошем уровне. Студент изучил все теоретические вопросы, показал основные умения и навыки.
Продвинутый уровень	Соответствует оценке «отлично», предполагает сформированность компетенций на высоком уровне. Студент показал творческое отношение к обучению, в совершенстве овладел всеми теоретическими вопросами дисциплины, показал все требуемые умения и навыки.

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
Модуль I. Научные основы приготовления катализаторов			
1	Тема 1. Цели и задачи научных основ приготовления катализаторов	Устный опрос	ИОПК 1.3.
2	Тема 2. Основные характеристики катализаторов и их зависимость от условий приготовления	Устный опрос	ИОПК 1.1., ИОПК 1.3.
3	Тема 3. Основные этапы и методы приготовления катализаторов	Устный опрос	ИОПК 1.1., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1.
4	Тема 4. Подготовка и синтез исходных веществ для приготовления катализаторов. Носители	Устный опрос, работа на семинаре, индивидуальное задание, проверочная работа	ИОПК 1.1., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.2., ИОПК 2.3., ИПК 1.1., ИПК 1.2.
5	Тема 5. Получение катализаторов методами осаждения	Устный опрос, работа на семинаре, индивидуальное задание	ИОПК 1.1., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.2., ИОПК 2.3., ИПК 1.1., ИПК 1.2.
6	Тема 6. Термическая обработка катализаторов	Устный опрос, работа на семинаре, индивидуальное задание, проверочная работа,	ИОПК 1.1., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.2., ИОПК 2.3., ИПК 1.1., ИПК 1.2.
7	Тема 7. Получение катализаторов методом механического смешения	Устный опрос, работа на семинаре, индивидуальное задание	ИОПК 1.1., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.2., ИОПК 2.3., ИПК 1.1., ИПК 1.2.
8	Тема 8. Физико-химические основы приготовления катализаторов методом нанесения	Устный опрос, работа на семинаре, индивидуальное задание, проверочная работа, научный доклад	ИОПК 1.1., ИОПК 1.2., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.2., ИОПК 2.3.,

			ИПК 1.1., ИПК 1.2.
Модуль II. Хроматография			
9	Тема 1. Физико-химические основы хроматографического процесса. Терминология и классификация в хроматографии. Классификация по методам, классификация по механизму. Классификация по формам осуществления. Лабораторная работа «Подбор режимов работы хроматографа и условий программирования».	Устный опрос, отчет по лабораторной работе	ИОПК 1.1., ИОПК 1.2., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.4., ИПК 1.3.
10	Тема 2. Теория газожидкостной хроматографии. Теория хроматографического разделения газ-адсорбционным методом. Подвижная фаза. Твердые носители. Хроматограф. Принципиальная схема современного хроматографа. Качественный анализ. Количественный анализ. Лабораторная работа «Калибровка газового хроматографа»	Устный опрос, отчет по лабораторной работе	ИОПК 1.1., ИОПК 1.2., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.4., ИПК 1.3.
11	Тема 3. Обзор методов жидкостной хроматографии. Классификация методов жидкостной хроматографии. Варианты жидкостной хроматографии по механизму удерживания. Детекторы. Лабораторные работы «Анализ смеси основных газов (O ₂ , N ₂ , CO, CO ₂)» и «Анализ смеси горючих газов»	Устный опрос, отчет по лабораторной работе	ИОПК 1.1., ИОПК 1.2., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.4., ИПК 1.3.
12	Тема 4. Области применения хроматографического анализа. Определение молекулярной массы соединения. Определение изотермы адсорбции. Определение изостерической теплоты адсорбции. Определение удельной поверхности. Определение каталитической активности с помощью газохроматографического метода. Изучение неизотермической кинетики с помощью термодесорбции. Лабораторная работа «Анализ бензина с расчетом октанового числа. Вариации анализа».	Устный опрос, отчет по лабораторной работе	ИОПК 1.1., ИОПК 1.2., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.4., ИПК 1.3.

2.2 Содержание оценочных средств

2.2.1 Модуль 1. «Научные основы приготовления катализаторов»

2.2.1.1 Устный опрос

Устный опрос используется как средства промежуточного контроля остаточных знаний на лекционных и практических занятиях. Примеры вопросов представлены ниже.

1. Какие свойства системы «носитель–наносимое вещество» необходимо знать, чтобы, не проводя специальных экспериментов, предсказать, будете ли данное вещество адсорбироваться на поверхности оксидного носителя из водного раствора или нет?

2. На чем основано принципиальное различие в проведении процесса формирования гидроксидов по золь-гель методу и традиционному осаждению через коагель.
3. В чем причина существенного уменьшения скорости кристаллизации гидроксида магния, получаемого по золь-гель методу?
4. На каких стадиях необходимо регулировать удельную поверхность оксидов алюминия, получаемых соответственно из байерита и псевдобемита?

2.2.1.2 Работа на практических занятиях

На практических занятиях рассматриваются типовые задачи по приготовлению катализаторов. Примеры задач представлены ниже.

Задача 1. Имеется два нанесенных катализатора Ni/Al₂O₃. Первый катализатор получен методом пропитки оксида алюминия нитратом никеля, 2 – второй получен методом механического смешения NiO с оксидом алюминия. После прокалки на воздухе катализаторы были восстановлены в одинаковых условиях и испытаны в реакции гидрирования бензола. Какой катализатор вы рекомендуете для промышленного внедрения, если известно, что гидрирование бензола является структурно нечувствительной реакцией?

Характеристики готовых катализаторов:

Образец	Содержание Ni	Степень восстановления	Размер частиц Ni
Катализатор 1	0.15 вес.%	0.7	2 нм
Катализатор 2	0.35 вес.%	0.9	6 нм

Задача 4. Требуется получить нанесенный катализатор Pt/γ-Al₂O₃, содержащий 0,005 г Pt/г носителя (0,520 % вес.) путем сорбции этого количества Pt из раствора H₂PtCl₆. Учтите, что после установления сорбционного равновесия некоторое количество платины дополнительно осаждается из равновесного раствора в поровом пространстве носителя при сушке.

Рассчитать необходимую начальную концентрацию C_{0H₂PtCl₆} в пропиточном растворе и долю платины, дополнительно осажденной при сушке. Расчеты провести для условий а) пропитка «по влагоемкости», когда объем исходного раствора равен V_Σ, и б) пропитка из избытка раствора, когда его объем равен 4V_Σ.

Исходные данные для расчета: продолжительность пропитки достаточна для установления сорбционного равновесия; равновесная сорбция H₂PtCl₆ на единице поверхности носителя A описывается уравнением изотермы адсорбции Ленгмюра $a/a_0 = BC/(1+BC)$ со значениями α₀ и B, которые можно рассчитать из экспериментально измеренной изотермы адсорбции.

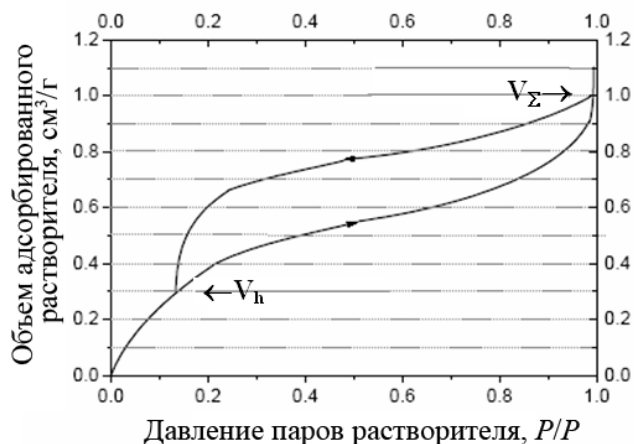
Зависимость удельных (отнесенных к единице поверхности) величин адсорбции H₂PtCl₆ на γ-Al₂O₃ от равновесной концентрации H₂PtCl₆ в водном растворе

Удельная величина сорбции H ₂ PtCl ₆ , α, мг/м ²	Равновесная концентрация H ₂ PtCl ₆ , C _p , мг/л
0,337	2,0
0,876	6,0
1,290	10,0
1,616	14,0
1,996	20,0

Удельная поверхность носителя A = 200 м²/г, суммарный удельный объем пор носителя V_ε = 0,7 см³/г.

Задача 6. Носитель 3D-структурированный макропористый γ - Al_2O_3 готовят методом выжигания монодисперсных полистирольных макросфер из экструдатов цилиндрической формы с последующим прокаливанием. В состав экструдатов входят выжигаемые макросферы (истинная плотность $1,1 \text{ г/см}^3$) и псевдобемит AlOOH (истинная плотность $3,0 \text{ г/см}^3$) в соотношении 2,31:5,73 (по массе). В результате образуются бидисперсные черенки γ - Al_2O_3 (истинная плотность $3,68 \text{ г/см}^3$): макропоры образуются из выжигаемых макросфер, мезопоры из-за образования оксида алюминия. Определите суммарную пористость черенков и соотношение между объемом мезопор и макропор. Термической усадкой черенков и пористой структуры образующегося Al_2O_3 пренебречь.

Задача 13. Необходимо приготовить нанесенный $\text{Ag}/\text{Al}_2\text{O}_3$ катализатор, содержащий 15 % вес Ag , равномерно распределенного в объеме носителя. Синтез провести путем однократной пропитки гранул носителя водным раствором AgNO_3 по влагоемкости с последующей медленной сушкой.



Изотерма адсорбции паров воды на носителе.

Равномерное распределение нанесенного компонента при пренебрежимо малой его адсорбции и медленной сушке обеспечивается при условии, если концентрация насыщенного раствора соли C_n достигается при остаточном влагосодержании носителя, равном объему V_h на изотерме адсорбции растворителя на носителе.

Необходимые структурные характеристики носителя можно взять из показанной на рисунке изотермы адсорбции воды на носителе.

Определить начальную концентрацию раствора AgNO_3 и его температуру при пропитке носителя, обеспечивающие получение катализатора с равномерно распределенным активным компонентом. Определить суммарный объем пор в катализаторе. Плотность серебра $\rho = 10,5 \text{ г/см}^3$.

При необходимости можно использовать приведенную в таблице зависимость растворимости AgNO_3 от температуры:

$T, ^\circ\text{C}$	20	25	30	40	50	60	80	100
$C, \text{ г/100 г H}_2\text{O}$	222,5	249,6	274,5	321,9	383	449	604	1024

Для упрощения можно допустить, что плотность всех растворов равна растворимости, и, например, при 20°C раствор содержит $2,225 \text{ г Ag/см}^3$ раствора.

2.2.1.3 Индивидуальные задания

По темам 2, 4–8 программой модуля предусмотрено выполнение индивидуальных заданий в виде решение задач по темам, рассматриваемым на практических занятиях. Примеры задач из индивидуальных заданий представлены ниже.

Задача 1. Гранула носителя сформирована из псевдобемита состава $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ с плотностью $\rho_1 = 2,43 \text{ г/см}^3$. После сушки частицы псевдобемита остаются непористыми, определение суммарной пористости гранулы после сушки дало $\epsilon_0 = 0,5$ и величину удельной поверхности $A_1 = 61,7 \text{ м}^2/\text{г}$. Затем гранула подвергалась термообработке с псевдоморфным превращением псевдобемита в $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ с плотностью $\rho_2 = 3,3 \text{ г/см}^3$ и снижением объема твердой фазы в частицах без изменения суммарного объема гранулы.

Допуская, что при псевдоморфном превращении каждая частица исходного вещества преобразуется в пористый агрегат из высокодисперсных частиц продукта с сохранением внешних размеров исходных частиц, и принимая, что эффективный размер D_2 образующихся частиц $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \sim 4 \text{ нм}$, определить, во сколько раз повысилась пористость, удельная поверхность, как изменилась кажущаяся плотность δ при условии 50% (задается индивидуально) превращения псевдобемита в $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, допуская, что степень разложения $\alpha = 0,5$ (задается индивидуально) одинакова для всех исходных частиц псевдобемита.

Задача 2. Известно, что монодисперсные золи SiO_2 , стабилизированные введением 1...3 ионов $\text{Na}/10 \text{ нм}^2$ поверхности, могут не коагулировать вплоть до концентраций, соответствующих плотной случайной упаковке их глобул с гидратными оболочками.

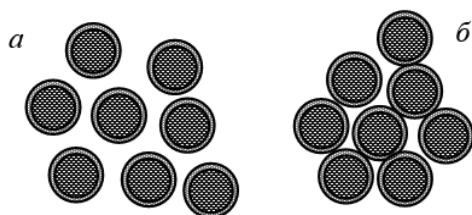


Схема упаковки глобул SiO_2 : *а* – в стабилизированном золе SiO_2 с гидратными оболочками; *б* – при предельной концентрации, соответствующей плотной случайной упаковке глобул, при которой золь принудительно коагулирует в гель (концентрационная коагуляция)

Рассчитать предельную концентрацию SiO_2 в геле (г/см^3 геля), который получен концентрационной коагуляцией золя с размером частиц D_0 (размер без оболочки). Определить удельную поверхность A , удельный объем пор V_2 и средний размер пор D для ксерогеля, полученного из такого геля, отмытого от щелочных примесей и высушенного в условиях, исключающих снижение поверхности и объемную усадку.

Расчеты провести при $D_0 = 100 \text{ нм}$ (задается индивидуально), толщине ионно-сольватной оболочки t при $80...100^\circ\text{C} \sim 1,7 \text{ нм}$, плотность фазы SiO_2 $\rho(\text{SiO}_2) = 2,2 \text{ г/см}^3$. Допустить, что в плотной случайной упаковке глобул с оболочками объемная доля промежутков между глобулами равна $\epsilon_2 = 0,4$.

2.2.1.4 Проверочные работы

Проверочные работы в форме тестирования или на решение задач используется как средства промежуточного контроля остаточных знаний и умений студентов после завершения изучения материала тематического раздела (или разделов) на лекциях и семинарах. Всего в программе дисциплины «Научные основы приготовления катализаторов» предусмотрено 1 тестирование (после изучения разделов 1–4) и 2 работы на решение задач (после изучения разделов 5–6 и 7–8). Примеры тестовых вопросов и задач из проверочных работ представлены ниже.

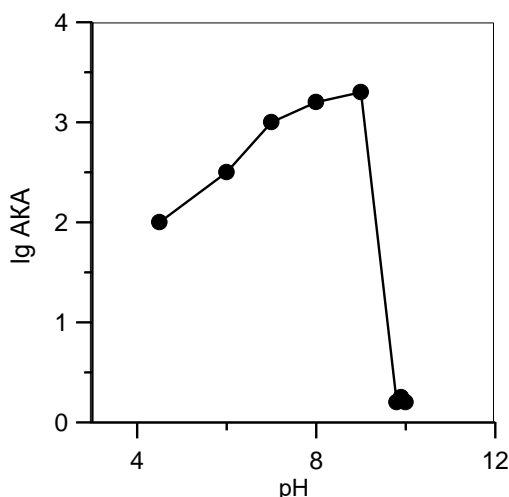
Вопрос 1.

Оптимальная пористая структура катализатора определяется...

- А) его удельной каталитической активностью;
- Б) кинетическими параметрами реакции;
- В) особенностями массопереноса реагирующих веществ.

Вопрос 2.

Чем обусловлена наблюдаемая зависимость атомной каталитической активности Си/цеолит-У катализатора в реакции окисления СО от рН раствора, используемого для приготовления катализатора?



Зависимость атомной каталитической активности Си/цеолит-У катализатора в реакции окисления СО от рН раствора

- А) с полимеризацией продуктов гидролиза ионов меди в пропиточном растворе;
- Б) с изменением заряда иона меди в пропиточном растворе.

Задача 1. Гранулы носителя сформированы из 70 вес.% γ - Al_2O_3 с плотностью $\rho_1 = 3,3 \text{ г/см}^3$ и удельным объемом пор в частицах $V_{\Sigma 1} = 0,5 \text{ см}^3/\text{г}$ Al_2O_3 и 30 вес.% гидраргиллита $\text{Al}(\text{OH})_3$ с плотностью $\rho_2 = 1,43 \text{ г/см}^3$ и $V_{\Sigma 2} = 0$. Суммарная пористость гранул после сушки $\epsilon_0 = 0,5$, удельная поверхность $S = 140 \text{ м}^2/\text{г}$. Термообработка гранул сопровождается топомхимической реакцией $2\text{Al}(\text{OH})_3 \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$ с удалением воды и полным псевдоморфным превращением $\text{Al}(\text{OH})_3$ без изменения внешнего размера гранулы. Средний размер новообразующихся первичных частиц $\text{Al}_2\text{O}_3 \sim 4 \text{ нм}$.

Рассчитать удельную поверхность, удельный объем пор V_{Σ} , кажущуюся плотность δ и пористость гранул, полученных после термообработки, допуская, что исходный гидраргиллит был непористым, а его удельная поверхность была пренебрежимо мала.

Задача 2. Нанесенные платиновые катализаторы готовят методом адсорбции H_2PtCl_6 на поверхности пористого оксида алюминия из избытка (по отношению к влагоёмкости) пропиточного раствора. Продолжительность пропитки достаточна для установления сорбционного равновесия. Процесс адсорбции проводят в условиях, описываемых уравнением Генри. После отделения катализатора от пропиточного раствора его сушат и прокалывают на воздухе. Определите содержание платины в катализаторе при использовании диффузионного режима пропитки при следующих условиях: $C_0 = 13,2 \text{ г/л}$ – начальная концентрация платины в пропиточном растворе; $m = 1 \text{ г}$ – масса носителя; $V_{\Sigma} = 0,3 \text{ см}^3/\text{г}$ – объем пор носителя; $V_0 = 5 V_{\Sigma}$ – объем пропиточного раствора; $K = 6 \text{ см}^3/\text{г}$ – константа адсорбционного равновесия.

Оцените значение параметра сорбции R_{\max} , определяемого как отношение количества адсорбированной платины к ее неадсорбированной части. Каков физический смысл полученного выражения?

2.2.2 Модуль 2. «Хроматография»

2.2.2.1 Устный опрос

Устный опрос используется как средства промежуточного контроля остаточных знаний на практических занятиях. Примеры вопросов представлены ниже.

1. Твердые носители. Влияние дисперсности носителя на разделение. Полярность носителя.
2. Твердые носители, применение в хроматографии. Неподвижная фаза (НФ). Селективность НФ. Требования к НФ.
3. Классификация НФ. Полярность колонки. Некоторые указания к выбору НФ. Особо селективные фазы. Количество НФ.
4. Эффективность колонки. Адсорбенты. Молекулярные сита. Силикагель. Углеродные адсорбенты. Пористые полимеры.
5. Выбор оптимальных условий для хроматографического разделения. Температура колонки и испарителя. Скорость газов.
6. Хроматограф. Принципиальная схема современного хроматографа.
7. Колонки. Детекторы. Катарометр. Пламенно-ионизационный детектор. Селективные детекторы.
8. Качественный анализ. Хроматографическая идентификация. Величина удерживания. Индексы удерживания.
9. Количественный анализ. Возможные источники ошибок. Методика ввода пробы.
10. Методы количественного расчета. Нормировка площадей.
11. Абсолютная калибровка. Метод внутреннего стандарта. Поправочные коэффициенты. Интегрирование.
12. Определение изотермы адсорбции и изостерической теплоты адсорбции с использованием газовой хроматографии.
13. Определение удельной поверхности с использованием газовой хроматографии.
14. Определение каталитической активности с помощью газохроматографического метода.
15. Изучение неизотермической кинетики с помощью термодесорбции.

2.2.2.2 Тестирование по модулю 2 «Хроматография». Тестирования проводится в системе MOODLE.

Оценочные материалы в полном объеме содержатся в архиве кафедры и в Moodle (<https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=23454>).

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, практических занятий, лабораторных работ, самостоятельной работы студентов.

Текущий контроль по модулю «Научные основы приготовления катализаторов» проводится путем контроля посещаемости занятий, проведения проверочных работ по лекционному материалу и материалу практических занятий, выполнения индивидуальных заданий, работы на практических занятиях и оценивается в баллах. Формы текущего контроля и их количество может изменяться при реализации курса, но их вес в итоговой оценке по модулю составляет не менее 80%.

Текущий контроль по модулю «Хроматография» проводится в рамках организации и проведения лекционных занятий, лабораторных работ, самостоятельной работы студентов при оформлении отчетов по лабораторным работам.

2.3.2 Критерии оценивания по видам оценочных средств

2.3.2.1 Критерии оценивания по видам оценочных средств по модулю «Научные основы приготовления катализаторов»

Форма контроля	Максимальное количество баллов
Посещение занятий	28
Работа на практических занятиях	80
Проверочные работы	100
Индивидуальные задания	180
Научный доклад	50
Суммарный рейтинг курса	438

3 Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

3.1 Порядок проведения зачета

Для промежуточной аттестации программой дисциплины предусмотрен зачёт с оценкой. Оценка за зачет по дисциплине «Методы приготовления и исследования катализаторов» определяется с учетом промежуточной аттестации и текущего контроля по всем модулям дисциплины.

Для допуска к промежуточной аттестации по модулю «Научные основы приготовления катализаторов» студенту необходимо получить оценку текущего контроля знаний и набрать не менее 50% баллов от текущего контроля при обязательном выполнении основных заданий, проверяющих ИОПК 1.1., ИОПК 1.3., ИОПК 2.2., ИОПК 2.3., ИПК 1.1. и ИПК 1.2. Аттестация проходит в форме защиты научного доклада по физико-химическим основам приготовления конкретного объекта (катализатора, носителя, твёрдого материала), что позволяет проверить ИОПК 1.1., ИОПК 1.2., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.2., ИОПК 2.3., ИПК 1.1 и ИПК 1.2. Защита проходит в форме конференции.

Для допуска к промежуточной аттестации по модулю «Хроматография» необходимо защитить все отчеты по лабораторным работам с демонстрацией знаний, подтверждающей ИОПК 1.1., ИОПК 1.2., ИОПК 1.3., ИОПК 2.1., ИОПК 2.4., ИПК 1.3.

3.2 Примеры вопросов зачета

3.2.1 Примеры тем научного доклада

1. Физико-химические закономерности синтеза катализаторов на основе палладия, нанесенного на оксид церия.
2. Физико-химические закономерности формирования нанесенных ванадиевых катализаторов.
3. Основные подходы к синтезу мезопористых мезофазных материалов и катализаторов на их основе.

3.2.2 Вопросы теста по модулю II «Хроматография»

1. Что называется временем удерживания компонента в газовой хроматографии?
 - время нахождения компонента в испарителе хроматографа
 - время нахождения компонента в подвижной фазе колонки
 - время нахождения компонента в неподвижной фазе колонки
 - время от момента ввода пробы, до появления максимума на хроматограмме

2. С какой целью в газовой хроматографии используют время удерживания вещества?
 - для качественной идентификации
 - для характеристики газа-носителя
 - для количественного определения
 - для оценки параметров колонки
3. С помощью какой характеристики проводят качественную идентификацию веществ в газовой хроматографии?
 - по площади хроматографического пика
 - по времени удерживания анализируемого компонента
 - по времени нахождения компонента в испарителе хроматографа
 - по времени пребывания анализируемого компонента в подвижной фазе
4. От чего в первую очередь зависит высота хроматографического пика на хроматограмме при неизменном режиме работы хроматографа?
 - от наличия посторонних компонентов в пробе
 - от концентрации анализируемого вещества
 - от природы газа-носителя
 - от природы сорбента-поглотителя
5. Каким параметром характеризуется количественное содержание компонента в анализируемой смеси?
 - площадью пика на хроматограмме
 - шириной пика на хроматограмме
 - временем удержания компонента
 - изотермой адсорбции данного компонента
6. Что такое «мертвое» время в колоночной хроматографии?
 - время пребывания введенной пробы в испарителе хроматографа
 - фактическое время пребывания сорбирующегося компонента в подвижной фазе
 - инерционность системы хроматографа
 - время, в течение которого сорбируется элюент-носитель
 - время выхода компонента, не взаимодействующего с неподвижной фазой
7. Что характеризует коэффициент распределения $D=C_{\text{неподв}}/C_{\text{подв}}$?
 - распределение веществ в хроматографируемой смеси
 - распределение веществ между неподвижной и подвижной фазами
 - распределение веществ в неподвижной фазе
 - распределение веществ в элюате
8. От чего не зависит время удерживания сорбирующегося компонента в газовой хроматографии?
 - от скорости газа-носителя
 - от природы газа-носителя
 - от природы сорбента-поглотителя
 - от концентрации компонента
 - от режима работы хроматографа
9. Обязательно ли строго соблюдать одни и те же объемы, вводимые в испаритель хроматографа, стандартных веществ и пробы при определении относительного содержания компонентов в смеси?
 - строго обязательно
 - желательно
 - необязательно
10. Какие задачи решают с помощью газовой хроматографии?
 - только качественную идентификацию веществ
 - только количественный анализ веществ
 - выполняют как качественные, так и количественные определения веществ
 - используют только для выделения чистых веществ

11. Когда в газовой хроматографии используют метод нормировки?
- при качественной идентификации веществ
 - при выделении чистых веществ
 - при количественном определении относительного содержания веществ
 - при количественном определении абсолютного содержания веществ
12. Когда в газовой хроматографии применяют метод внешних стандартов?
- при качественной идентификации веществ
 - при выделении чистых веществ
 - при количественном определении абсолютного содержания веществ
 - при количественном определении относительного содержания веществ
13. Что понимают под теоретической тарелкой в хроматографии?
- виртуальную зону сорбента, где достигается квазиравновесие между сорбируемым компонентом и сорбентом
 - зону сорбента, где поглощается основное содержание сорбируемого вещества
 - зону сорбента, где поглощается только элюент
 - объем зоны сорбента, кратный всему объему сорбента в колонке
14. За счет чего происходит разделение смеси веществ на компоненты в газотвердотельной колоночной хроматографии?
- за счет сил адсорбции
 - за счет образования осадков с различающимися произведениями растворимости
 - за счет образования ионных связей компонентов с неподвижной фазой
 - за счет разных коэффициентов диффузии компонентов на поверхности неподвижной фазы
15. Как изменятся параметры хроматографического пика, если увеличить температуру колонки газового хроматографа (при прочих постоянных условиях)?
- время удержания уменьшится, площадь пика не изменится
 - время удержания не изменится, площадь пика уменьшится
 - время удержания увеличится, высота пика уменьшится
 - время удержания увеличится, высота пика не изменится
 - никак не изменятся
16. Как изменятся параметры хроматографического пика, если уменьшить количество анализируемого вещества, вводимое в хроматограф (при прочих постоянных условиях)?
- время удержания уменьшится, площадь пика не изменится
 - время удержания не изменится, площадь пика уменьшится
 - время удержания увеличится, высота пика уменьшится
 - время удержания увеличится, высота пика не изменится
 - никак не изменятся
17. Как изменятся параметры хроматографического пика, если уменьшить скорость газаносителя через колонку (при прочих постоянных условиях)?
- время удержания уменьшится, площадь пика не изменится
 - время удержания не изменится, площадь пика уменьшится
 - время удержания увеличится, высота пика уменьшится
 - время удержания увеличится, высота пика не изменится
 - никак не изменятся
18. Необходимо проанализировать методом газовой хроматографии смесь веществ, существенно различающихся по времени удержания. Что можно сделать, чтобы ускорить выход компонентов с большим временем удержания?
- постепенно увеличивать температуру хроматографирования
 - постепенно уменьшать температуру хроматографирования
 - уменьшить расход газа-носителя
 - ввести пробу большего объема
 - ввести пробу меньшего объема

19. Какова цель калибровки детектора хроматографа стандартами вещества известных концентраций?

- построение калибровочного графика для целей количественного анализа
- определение времен удерживания для целей качественного анализа
- оценка возможности проведения качественного анализа
- очистка колонки от присутствия посторонних компонентов
- калибровка не нужна. Можно воспользоваться справочными данными.

20. Как провести качественный анализ смеси спиртов на газовом хроматографе?

- получить хроматограмму смеси, по справочным данным определить качественный состав
- получить хроматограммы смеси и стандартов спиртов. Сравнив времена удержания определить качественный состав
- получить хроматограмму смеси, определить площадь каждого пика и методом нормировки определить состав
- эта задача невыполнима на газовом хроматографе.

Оценочные материалы для промежуточной аттестации в полном объеме содержатся в архиве кафедры и Moodle (<https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=23454>)

3.3. Критерии оценивания

Результаты дисциплины определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». Итоговая оценка по дисциплине «Методы приготовления и исследования катализаторов» определяется как оценка по модулю I «Научные основы приготовления катализаторов» при обязательном прохождении тестирования по модулю II «Хроматография».

Итоговая оценка по модулю определяется по сумме баллов текущего контроля знаний и зачета. Соответствие баллов оценке:

- >80% от суммарного рейтинга курса – «отлично»;
- 66–80% от суммарного рейтинга курса – «хорошо»;
- 57–65% от суммарного рейтинга курса – «удовлетворительно»;
- <57% от суммарного рейтинга курса – «неудовлетворительно».