

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

Хроматография

по направлению подготовки

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

Химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Бакалавр

Год приема

2023

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковаников

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина

Томск – 2023

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.

ИОПК 2.2 Проводит синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик.

ИОПК 2.3 Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе.

ИОПК 2.4 Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования.

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:

- контроль посещаемости;
- тесты по лекционному материалу;
- отчеты по лабораторным работам;
- индивидуальные задания (рефераты).

Тест (ИОПК 1.1, ИОПК 1.2, ИОПК 2.1, ИПК 1.1)

1. Какое утверждение верно?

- а) Газовая хроматография используется для анализа газообразных образцов;
- б) Газовая хроматография используется для анализа твердых образцов;
- в) Газовая хроматография используется для анализа газов, жидких и твердых образцов.

2. Какое утверждение неверно?

- а) Детектор по теплопроводности реагируют на разницу теплопроводности анализируемых соединений в потоке газа-носителя и чистого газа-носителя;
 - б) Пламенно-ионизационный детектор используется только для анализа неорганических соединений;
 - в) Пламенно-ионизационный детектор деструктивен;
3. Ввод образца с делением потока (Split) используют для:
- а) разделения образца на более мелкие порции для последовательного введения;
 - б) разделения образца на более мелкие порции для одновременного введения через параллельные порты;
 - в) того, чтобы в колонку попала только часть введенного образца;
 - г) ничего из вышеперечисленного.
4. Анализ равновесной паровой фазы (Headspace) проводят с целью:
- а) определения эмиссии летучих соединений из твердых или жидких образцов;
 - б) определения остаточных веществ в хроматографической колонке после анализа смеси;
 - в) определения нелетучих компонентов образца.

Ключи: 1 в), 2 б), 3 в), 4 а).

Критерии оценивания: тест считается пройденным, если обучающий ответил правильно как минимум на 2/3 вопросов.

Отчет по лабораторной работе (ИОПК 1.3, ИОПК 2.2, ИОПК 2.3, ИПК 1.1, ИПК 1.2)

Лабораторная работа «Определение качественного состава смеси по относительным параметрам удерживания»

Цель работы: определить абсолютные и относительные параметры удерживания н-алканов на насадочных колонках неподвижными жидкими фазами различной полярности. Установить корреляционную зависимость между удерживанием и физико-химическими характеристиками сорбатов (молекулярной массой, температурой кипения).

Задание:

1. Определить относительные времена и объемы удерживания на полярной и неполярной жидких фазах для н-алканов (пентан, гексан, гептан, октан), ароматических углеводородов (бензол, толуол, о-ксилол) и контрольной смеси (внутренний стандарт – гексан).
2. Идентифицировать компоненты контрольной смеси.

Приборы и реактивы:

1. Газовый хроматограф Chrom 5, оснащенный катарометром;
2. Насадочные колонки 1м x 3 мм: Хроматон N-AW-DMCS + 15% Carbowax 20M
Хроматон N-AW-DMCS + 15% Сквалан;
3. Микрошпиг (10μl);
4. Стандартные смеси алканов и ароматических углеводородов;
5. Контрольная смесь.

Критерии оценивания: отчет по лабораторной работе должен содержать название работы, ее цель, краткий ход выполнения работы, полученные результаты, их обработку и выводы. При наличии и верном содержании всех структурных элементов отчет принимается с оценкой «зачтено». В противном случае – «не зачтено».

Примерная тематика индивидуальных заданий (рефератов) (ИОПК 1.1, ИОПК 1.2, ИОПК 2.1, ИПК 2.2, ИПК 1.2)

1. История открытия метода хроматографии. Работы М.С. Цвета, роль отечественных ученых в развитии газохроматографических методов.

2. Современные методы концентрирования и разделения микропримесей органических соединений.
3. Применение газовой экстракции для определения органических соединений в объектах окружающей среды.
4. Газохроматографическое определение летучих органических соединений в полимерных материалах.
5. Применение газовой хроматографии в фармацевтике и фармакологии.
6. Газовая хроматография в космических исследованиях.

Критерии оценивания: за реферативную работу студент получает «зачтено», если содержание реферата соответствует заявленной теме и основано на анализе современных литературных данных, статей в периодических изданиях за последние 10 лет. В случае отсутствия реферата или плохого его качества ставится «не зачтено».

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

Экзамен в седьмом семестре проводится в письменной форме по билетам.

Экзаменационный билет состоит из двух вопросов. Продолжительность экзамена 1,5 часа.

Первый вопрос проверяет ОПК-2. Ответ на вопрос дается в развернутой форме.

Второй вопрос проверяет ОПК-1. Ответ на вопрос предполагает теоретическое введение, дополненное примерами практического характера.

Пример экзаменационного билета

1. Теория теоретических тарелок Мартина. Способы оценки эффективности и селективности хроматографических колонок.
2. Метод внутреннего стандарта в количественном анализе наркотических веществ.

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

Оценка «отлично» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении компетенций и достижении всех запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «отлично»:

- умеет прогнозировать результаты несложных хроматографических разделений и осуществлять их по предлагаемой методике (ИОПК 1.1, 1.2, 1.3);
- способен проанализировать по предлагаемой методике простую смесь веществ (ИОПК 2.1, 2.2, 2.3);
- знает принципы определения причин неудачного хроматографического разделения (ИПК 1.1, 1.2).

Оценка «хорошо» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении компетенций и достижении ряда запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «хорошо»:

- умеет составлять протоколы процессов разделения с использованием знаний основных сред разделения (сорбентов) и классов разделяемых соединений (ИОПК 1.1, 1.2);
- знаком с принципами количественного анализа (ИОПК 2.1, 2.2, 2.3);
- различает виды устройств для ввода пробы (ИПК 1.2).

Оценка «удовлетворительно» ставится при успешном прохождении этапов текущего контроля, освоении части компетенций и достижении ряда запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «удовлетворительно»:

- умеет интерпретировать результаты разделения относительно простых по составу образцов (ИОПК 1.1, 1.2, 1.3, 1.4);
- знаком с принципами качественного анализа (ИОПК 2.1, 2.2);
- различает виды наиболее популярных детекторов (ИОПК 2.3)

Оценка «неудовлетворительно» ставится при частичном прохождении этапов текущего контроля, освоении части компетенций и достижении минимального набора запланированных индикаторов-результатов обучения в рамках промежуточной аттестации. Пример критериев оценивания результатов обучения студента, соответствующих оценке «неудовлетворительно»:

- умеет классифицировать виды хроматографии – газовая, жидкостная, тонкослойная и т.д. (ИОПК 1.1);
- классифицирует виды сорбентов (ИОПК 2.1);
- знает алгоритм хроматографического определения (ИОПК 2.3);

Результаты контроля текущей успеваемости влияют на оценку, полученную студентом на экзамене. В случае наличия «не зачтено» по одному или нескольким элементам контроля текущей успеваемости экзаменационная оценка снижается на 1 или 2 балла.

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

Задачи

Задача 1 (ИОПК 1.2)

При разделении смеси углеводов получены следующие приведенные времена удерживания: пропан – 2.23 мин, изобутан – 5.71 мин и бутана – 6.67 мин. Рассчитайте индекс Ковача для каждого из этих углеводов.

Задача 2 (ИОПК 1.2)

На хроматографической колонке определены времена удерживания пропана (4.78 мин) и бутана (6.86 мин). Какое время удерживания ожидать для изобутана, если его индекс Ковача в выбранных условиях газохроматографического эксперимента составляет 385,3?

Задача 3. (ИОПК 1.3)

На хроматограмме смеси присутствуют два пика (А и В). Площадь пика А составляет 3 см², площадь пика В составляет 2 см². Предполагая, что отклик детектора одинаков для обоих соединений, рассчитайте содержание В (%) в изученной двухкомпонентной смеси.

Задача 4. (ИОПК 2.2)

При хроматографическом анализе низкомолекулярных кислот масляная кислота элюируется со временем удерживания 7.63 мин, изомасляная кислота – 5,98 мин. Мертвое время хроматографической системы – 0.31 мин. Рассчитайте коэффициент селективности для изомасляной и масляной кислот.

Задача 5. (ИОПК 2.3)

Укажите смысл температур, обозначенных на упаковке капиллярной хроматографической колонки:


30m x 0.25mm x 0.25mm, -60/325 (350)°C

Ответы:

Задача 1. 300 (пропан), 385,3 (изобутан), 400 (бутан)

Задача 2. 6,5 мин

Задача 3. 40%

Задача 4. 1,3

Задача 5. 1 - Минимальная рабочая температура; 2 - максимальная рабочая температура в изотермическом режиме; 3 - максимальная рабочая температура в режиме градиентного нагрева

Теоретические вопросы (ИОПК 1.1, ИОПК 2.2, ИПК 1.1, ИПК 1.2):

1. Использование стандартных соединений (метод метки) в ГХ (газовой хроматографии).

2. Относительные параметры удерживания для идентификации соединений методами хроматографии.

3. Корреляционные зависимости параметров хроматографического удерживания от физико-химических свойств сорбатов.

4. Логарифмические индексы удерживания Ковача, арифметические индексы в режиме программирования температуры. Закономерности удерживания в методе ГХ.

5. Реакционная газовая хроматография. Метод селективного вычитания и сдвига в качественном анализе многокомпонентных смесей.

6. Применение селективных детекторов для качественного газохроматографического анализа.

7. Сочетание газовой хроматографии с ИК-спектроскопией и масс-спектрометрией.

Ответ должен соответствовать сути вопроса с опорой на лекционный материал курса и опыт выполнения лабораторных работ.

Информация о разработчиках

Слизов Юрий Геннадьевич, канд. хим. наук, доцент, кафедра органической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, зав. кафедрой.

Бугаева Александра Игоревна, канд. хим. наук, доцент кафедры органической химии химического факультета Национального исследовательского Томского государственного университета