

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

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

Фундаментальная и прикладная химия веществ и материалов

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2024

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

А. С. Князев

Председатель УМК

В.В. Шелковников

Томск – 2024

1. Компетенции и индикаторы их достижения, проверяемые данными оценочными материалами

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ПК-1 Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских и/или производственных задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИПК 1.1 Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные 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

ИПК 1.3 Использует современное физико-химическое оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках, применяя взаимодополняющие методы исследования. Проводит поиск, анализирует и обобщает результаты патентного поиска по тематике исследовательской работы

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 (ИПК 1.1, ИПК 1.2)

1. Время удерживания – это...

- а) время от момента ввода пробы в хроматографическую колонку до момента выхода из неё максимальной концентрации определяемого вещества;
- б) время от момента ввода пробы в хроматографическую колонку до момента выхода последнего компонента;
- в) время от момента ввода пробы до момента выхода растворителя;
- г) время окончания работы хроматографа.

2. Значение удерживаемого объема аналита равно произведению:

- а) мертвого времени и общей пористости сорбента;
- б) времени удерживания и объемного расхода газа-носителя;
- в) приведенного времени удерживания и объемного расхода газа-носителя;
- г) времени удерживания и общей пористости сорбента.

3. Как происходит элюирование компонентов смеси из хроматографической колонки?

- а) компоненты с наибольшим сродством к нжф элюируются первыми;
- б) компоненты с наименьшим сродством к нжф элюируются первыми;
- в) компоненты элюируются случайным образом;
- г) компоненты элюируются в соответствии с их концентрацией в смеси.

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 а), 2 б), 3 б), 4 а).

Критерии оценивания: тест считается пройденным, если обучающий ответил правильно 2/3 вопросов и более.

Отчет по лабораторной работе (ИПК 1.1, ИПК 1.2, ИПК 1.3)

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 и Хроматон N-AW-DMCS + 15% Сквалан;
3. Микрошпиц (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) (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. Применение поликапиллярных колонок для экспрессного определения углеводородов и взрывчатых веществ.

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 третьем семестре проводится в письменной форме по билетам.

Экзаменационный билет состоит из двух вопросов. Продолжительность экзамена 1,5 часа. Первый и второй вопросы проверяют ПК-1. Ответ на каждый вопрос дается в

развернутой форме, предполагает теоретическое введение, дополненное примерами практического характера.

Пример экзаменационного билета

1. Корреляционные зависимости параметров удерживания от физико-химических свойств сорбатов в качественном анализе.
2. Анализ равновесной паровой фазы и динамическая газовая экстракция. Применение данных методов для определения примесей в алкогольной продукции.

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»:

- знает характеристики наиболее распространенных сорбентов и области их применения (ИПК 1.2);
- сформированы навыки планирования и осуществления химического анализа, включающего стадию разделения и концентрирования микрокомпонентов (ИПК 1.1, ИПК 1.2).
- владеет данными по применению хроматографии к исследованию веществ и материалов (ИПК 1.2, ИПК 1.3);

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 (ИПК 1.1);
- умеет проводить идентификацию веществ по индексам удерживания и корреляционным зависимостям (ИПК 1.2);
- владеет информацией о приемах концентрирования компонентов смесей различных объектов (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»:

- знает общие понятия газовой хроматографии (ИПК 1.2)
- проводит расчет характеристик разделения, эффективности и селективности (ИПК 1.2);
- интерпретирует результаты разделения относительно простых по составу образцов (ИПК 1.3)

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»:

- знает сущность газовой хроматографии (ИПК 1.2.);
- знает основные типы колонок (ИПК 1.3.);
- владеет информацией подготовке хроматографов к работе (ИПК 1.3);

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 (ИПК 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 2. (ИПК 1.1)

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 3. (ИПК 1.3)

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 4. (ИПК 1.3)

При хроматографическом анализе лимонного масла пик лимонена характеризуется временем удерживания 7.35 мин и шириной пика у основания 0.85 мин. γ-Терпинен элюируется через 8.53 мин при ширине пика у основания 0.53 мин. Каково разрешение пиков лимонена и γ-терпинена?

Задача 5. (ИПК 1.3)

В результате хроматографического анализа хлорсодержащего пестицида дильдрина на двухметровой колонке получен пик со временем удерживания 8.68 мин и шириной у основания 0.29 мин. Рассчитайте число теоретических тарелок и высоту, эквивалентную теоретической тарелке.

Ответы:

Задача 1. 6,5 мин

Задача 2. 40%

Задача 3. 1,3

Задача 4. 1,7

Задача 5. 14334 тарелки; 0,139 мм

Тест (ИПК 1.1, ИПК 1.2, ИПК 1.3)

1. Дериватизация образца может проводиться с целью:

- а) снижения полярности аналитов;
- б) увеличения отклика детектора;
- в) повышения летучести аналитов;
- г) все вышеперечисленное верно.

2. Какое утверждение неверно?

- а) детектор по теплопроводности реагирует на разницу теплопроводности анализируемых соединений в потоке газа-носителя и чистого газа-носителя;

- б) пламенно-ионизационный детектор используются 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. Какую информацию можно получить на основе кривой Ван-Деемтера?
 - а) коэффициент селективности;
 - б) оптимальную скорость потока подвижной фазы;
 - в) оптимальную температуру колонки;
 - г) оптимальную длину колонки.
- 5. Каковы преимущества уменьшения внутреннего диаметра хроматографической колонки?
 - а) возможность хроматографирования проб большего объема;
 - б) увеличение разрешения пиков;
 - в) снижение риска перегрузки колонки;
 - г) все вышеперечисленное.

Ключи: 1 г), 2 б), 3 в), 4 б).

Теоретические вопросы (ИПК 1.1, ИПК 1.2, ИПК 1.3):

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