

Компонент ОПОП 04.03.01 Химия. Аналитическая химия и химическая

экспертиза
наименование ОПОП

Б1.В.06
шифр дисциплины

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

**Дисциплины
(модуля)**

Методы разделения и концентрирования

Разработчик (и):

Деркач С.Р.

профессор

д.х.н., профессор

Утверждено на заседании кафедры

химии
наименование кафедры

протокол № 6 «16» февраля 2024 г.

Заведующий кафедрой химии



Дякина Т.А.
ФИО

**Мурманск
2024**

1. Критерии и средства оценивания компетенций и индикаторов их достижения, формируемых дисциплиной (модулем)

| Код и наименование компетенции | Код и наименование индикатора(ов) достижения компетенции | Результаты обучения по дисциплине (модулю) | | | Оценочные средства текущего контроля | Оценочные средства промежуточной аттестации |
|---|---|---|--|--|---|---|
| | | <i>Знать</i> | <i>Уметь</i> | <i>Владеть</i> | | |
| ПК-2 Способен владеть методологией химического анализа | <p>ИД-1пк-2 Знает и применяет современные методы анализа для исследования состава и свойств различных объектов аналитического контроля, а также использует соответствующую аппаратуру для проведения исследований и решений любых задач.</p> <p>ИД-2пк-2 Настраивает, градуирует и выявляет неисправности в работе химического оборудования.</p> <p>ИД-3пк-2 Знает и соблюдает технику безопасности при работе со сложным аналитическим оборудованием.</p> <p>ИД-4пк-2 Владеет приемами оценивания методов утилизации отходов технологического процесса в соответствии с их химическим составом и свойствами.</p> | <ul style="list-style-type: none"> – физико-химические основы методов (т.е. за счет чего происходит разделение и концентрирование), их достоинства и недостатки; – способы реализации метода и конкретные примеры; – специфические особенности рассматриваемых способов разделения и концентрирования и достигаемые в них метрологические показатели. – | <ul style="list-style-type: none"> – проводить сравнительный анализ различных методов | <ul style="list-style-type: none"> – теоретическими основами различных классов методов разделения и концентрирования, в том числе методов, основанных на образовании новой фазы и на различии в межфазном распределении, методов внутрифазового распределения; – навыками выбора областей и объектов анализа, для которых эти методы могут быть использованы | <ul style="list-style-type: none"> - комплект заданий для выполнения лабораторных работ; - тестовые задания; - темы реферата | <p style="text-align: center;">Результаты текущего контроля</p> |
| ПК-5 Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, | <p>ИД-1пк-5 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР.</p> <p>ИД-2пк-5 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР.</p> <p>ИД-3пк-5</p> | | | | | |

| | | | | | | |
|--|---|--|--|--|--|--|
| поставленных специалистом более высокой квалификации | Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР. ИД-4пк-5 Готовит объекты исследования. | | | | | |
|--|---|--|--|--|--|--|

2. Оценка уровня сформированности компетенций (индикаторов их достижения)

| Показатели оценивания компетенций (индикаторов их достижения) | Шкала и критерии оценки уровня сформированности компетенций (индикаторов их достижения) | | | |
|---|--|---|--|--|
| | Ниже порогового («неудовлетворительно») | Пороговый («удовлетворительно») | Продвинутый («хорошо») | Высокий («отлично») |
| Полнота знаний | Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки. | Минимально допустимый уровень знаний. Допущены не грубые ошибки. | Уровень знаний в объёме, соответствующем программе подготовки. Допущены некоторые погрешности. | Уровень знаний в объёме, соответствующем программе подготовки. |
| Наличие умений | При выполнении стандартных заданий не продемонстрированы основные умения. Имели место грубые ошибки. | Продемонстрированы основные умения. Выполнены типовые задания с не грубыми ошибками. Выполнены все задания, но не в полном объёме (отсутствуют пояснения, неполные выводы) | Продемонстрированы все основные умения. Выполнены все основные задания с некоторыми погрешностями. Выполнены все задания в полном объёме, но некоторые с недочётами. | Продемонстрированы все основные умения. Выполнены все основные и дополнительные задания без ошибок и погрешностей. Задания выполнены в полном объёме без недочётов. |
| Наличие навыков (владение опытом) | При выполнении стандартных заданий не продемонстрированы базовые навыки. Имели место грубые ошибки. | Имеется минимальный набор навыков для выполнения стандартных заданий с некоторыми недочётами. | Продемонстрированы базовые навыки при выполнении стандартных заданий с некоторыми недочётами. | Продемонстрированы все основные умения. Выполнены все основные и дополнительные задания без ошибок и погрешностей. Продемонстрирован творческий подход к решению нестандартных задач. |
| Характеристика сформированности компетенции | Компетенции фактически не сформированы. Имеющихся знаний, умений, навыков недостаточно для решения практических (профессиональных) задач. ИЛИ Зачётное количество баллов не | Сформированность компетенций соответствует минимальным требованиям. Имеющихся знаний, умений, навыков в целом достаточно для решения практических (профессиональных) задач. ИЛИ | Сформированность компетенций в целом соответствует требованиям. Имеющихся знаний, умений, навыков достаточно для решения стандартных профессиональных задач. ИЛИ | Сформированность компетенций полностью соответствует требованиям. Имеющихся знаний, умений, навыков в полной мере достаточно для решения сложных, в том числе нестандартных, профессиональных задач. ИЛИ |

| | | | | |
|--|--|---|---|---|
| | набрано согласно установленному диапазону | Набрано зачетное количество баллов согласно установленному диапазону | Набрано зачетное количество баллов согласно установленному диапазону | Набрано зачетное количество баллов согласно установленному диапазону |
|--|--|---|---|---|

3. Критерии и шкала оценивания заданий текущего контроля

3.1 Критерии и шкала оценивания лабораторных работ

Перечень лабораторных работ, описание порядка выполнения и защиты работы, требования к результатам работы, структуре и содержанию отчета и т.п. представлены в методических материалах по освоению дисциплины (модуля) и в электронном курсе в ЭИОС МГТУ.

| Оценка/баллы | Критерии оценивания |
|----------------------------|--|
| <i>Отлично</i> | Задание выполнено полностью и правильно. Отчет по лабораторной/практической работе подготовлен качественно в соответствии с требованиями. Полнота ответов на вопросы преподавателя при защите работы. |
| <i>Хорошо</i> | Задание выполнено полностью, но нет достаточного обоснования или при верном решении допущена незначительная ошибка, не влияющая на правильную последовательность рассуждений. Все требования, предъявляемые к работе, выполнены. |
| <i>Удовлетворительно</i> | Задания выполнены частично с ошибками. Демонстрирует средний уровень выполнения задания на лабораторную/практическую работу. Большинство требований, предъявляемых к заданию, выполнены. |
| <i>Неудовлетворительно</i> | Задание выполнено со значительным количеством ошибок на низком уровне. Многие требования, предъявляемые к заданию, не выполнены. ИЛИ Задание не выполнено. |

3.1. Критерии и шкала оценивания тестирования

Перечень тестовых вопросов и заданий, описание процедуры тестирования представлены в методических указаниях к выполнению лабораторных/самостоятельных работ и в электронном курсе в ЭИОС МГТУ.

В ФОС включен типовой вариант тестового задания:

1. Роль разделения и концентрирования в аналитической химии. Современные методы разделения. Количественные характеристики разделения.
 - 1.1. Перечислите факторы, от которых зависит коэффициент распределения.
 - 1.2. При каких значениях коэффициентов разделения и коэффициентов распределения достигается количественное разделение веществ?
 - 1.3. Может ли быть достигнуто количественное разделение веществ А и В, если их коэффициенты распределения равны $D_A = 1000$ и $D_B = 0,1$?
 - 1.4. Какие условия необходимо создать для перехода вещества из водной фазы в органическую?
 - 1.5. Укажите различия между константой и коэффициентом распределения. Для какого типа частиц константа и коэффициент распределения обычно равны?
 - 1.6. От каких факторов зависит степень извлечения вещества?
2. Применение методов осаждения и соосаждения для разделения веществ. Расчет условий осаждения
 - 2.1. Объясните преимущества аморфного осадка перед кристаллическим при соосаждении микрокомпонентов.
 - 2.2. Какие преимущества имеют органические коллекторы при соосаждении микрокомпонентов?
 - 2.3. Рассчитайте коэффициент разделения при осаждении 8-оксихинолином алюминия и магния, если рН раствора равен 5. $С_{Al} = С_{Mg} = 0,01$ моль/л. $С_{Ox} = 0,1$ моль/л. $pK_a (HOx) = 9,8$

3. Применение метода экстракции для разделения веществ. Различные варианты метода и их аппаратное оформление. Расчет условий проведения эксперимента.
 - 3.1. Для какого типа равновесия применима константа экстракции?
 - 3.2. Какие экстрагенты используют для экстракции хлоридных комплексов скандия и циркония?
 - 3.3. Необходимо перевести данное растворенное вещество из одного растворителя в другой не смешивающийся с ним растворитель; коэффициент распределения растворенного вещества равен около 3,5. Объем первой фазы, первоначально содержащей все растворенное вещество, равен 10 мл. Рассчитайте число последовательных экстракций свежими порциями (по 10 мл) второго растворителя, чтобы экстрагировать не менее 99% растворенного вещества из исходного растворителя.
 - 3.4. Применение метода экстракции для разделения веществ. Различные варианты метода и их аппаратное оформление. Расчет условий проведения эксперимента
 - 3.5. Какие растворители используют для экстракции координационно-насыщенных и координационно-ненасыщенных внутрикомплексных соединений?
 - 3.6. Какие из перечисленных параметров влияют на значение коэффициента распределения: концентрация, pH раствора, маскирующие вещества, температура?
 - 3.7. Какие из перечисленных органических растворителей: бензол, хлороформ, диэтиловый эфир, метилизобутилкетон – следует использовать для экстракции комплексных кислот типа H_nMX_{m+n} ?
 - 3.8. Каким должен быть минимальный коэффициент распределения, обеспечивающий извлечение 95% растворенного вещества из 100,0 мл водного раствора экстракцией двумя порциями по 25,0 мл.
 - 3.9. Рассчитайте долю растворенного вещества А, экстрагируемого 50 мл чистого несмешивающегося с водой органического растворителя из 100 мл водной фазы, если коэффициент распределения растворенного вещества D_c равен 80 и если А существует в каждой фазе в виде мономерной частицы.
 - 3.10. Экспериментально найдено, что 90% замещенного фенола экстрагируется из воды равным объемом бензола. Чему будет равен процент экстракции замещенного фенола, если удвоить объем бензола?
 - 3.11. Почему молекулярный йод гораздо лучше растворяется в четыреххлористом углероде, чем в воде? Почему триодид не экстрагируется четыреххлористым углеводом?
4. Хроматография
 - 4.1. Коэффициент распределения K для вещества А в данной хроматографической колонке больше, чем для вещества В. Какое вещество выйдет из колонки первым
 - 4.2. Как оценивают эффективность разделения в хроматографии?
 - 4.3. Найдите длину хроматографической колонки, если $H = 0,1$ мм, а $N = 10000$.

Твердый образец содержит нитраты натрия и калия. Навеску 5,00 г растворили в достаточном количестве воды и разбавили деионизованной водой до 1,00 л. Далее 50,0 мл раствора пропустили через колонку с дауэксом-50 в H^+ -форме. Выделившуюся кислоту элюировали водой. После завершения элюирования, что установлено прибором, регистрирующим электропроводность, элюированную кислоту оттитровали 0,1032 М раствором NaOH до достижения конечной точки по метиловому оранжевому. На это потребовалось 27,90 мл титранта. Каков процентный состав пробы?
 - 4.4. При разделении нуклеозидов методом колоночной ЖХ с использованием УФ-детектора идентифицированы следующие пики: воздух 4,0 мин, уридин 30 мин, инозин 43 мин, гуанозин 57 мин, аденозин 71 мин, цитидин 96 мин. На колонке других размеров, но содержащей ту же неподвижную фазу, пик воздуха

появляется через 5,0 мин, а пик уридина – через 53 мин. Через 100 мин элюируется еще один компонент. Идентифицируйте его.

| Оценка/баллы ¹ | Критерии оценивания |
|----------------------------|--|
| <i>Отлично</i> | Сформированные систематические знания в части выбора экспериментальных и расчетно-теоретических методов решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов. 90-100 % правильных ответов |
| <i>Хорошо</i> | Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания в части выбора экспериментальных и расчетно-теоретических методов решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов. 70-89 % правильных ответов |
| <i>Удовлетворительно</i> | Общие, но не структурированные знания в части выбора экспериментальных и расчетно-теоретических методов решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов. 50-69 % правильных ответов |
| <i>Неудовлетворительно</i> | Фрагментарные знания в части выбора экспериментальных и расчетно-теоретических методов решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов. 49% и меньше правильных ответов |

3.2. Критерии и шкала оценивания реферата

Эссе предназначено для формирования и проверки знаний/умений/навыков в рамках оцениваемых компетенций по дисциплине. Тематика эссе по дисциплине, требования к структуре, содержанию и оформлению изложены в методических указаниях к самостоятельной работе, включающих рекомендации по написанию эссе.

В ФОС включены примерные темы реферата:

1. Органические коллекторы, их преимущества перед неорганическими
2. Экстракция неионизованных соединений
3. Экстракция внутрикислотных соединений
4. Сорбция на неорганических ионообменниках
5. Ионообменные смолы
6. Комплексообразующие сорбенты

| Оценка/баллы | Критерии оценивания |
|----------------------------|--|
| <i>Отлично</i> | Выполнены все требования к написанию и защите эссе: обозначена проблема, обоснована ее актуальность, сделан краткий анализ различных точек зрения на рассматриваемую проблему, логично изложена собственная позиция, сформулированы выводы, тема раскрыта полностью, выдержан объем, соблюдены требования к внешнему оформлению, даны правильные ответы на дополнительные вопросы. |
| <i>Хорошо</i> | Основные требования к эссе и его защите - выполнены, но при этом допущены недочеты. В частности, имеются неточности в изложении материала; отсутствует логическая последовательность в суждениях; не выдержан объем реферата; имеются упущения в оформлении; на дополнительные вопросы при защите даны неполные ответы. |
| <i>Удовлетворительно</i> | Имеются существенные отступления от требований к эссе. В частности, тема освещена лишь частично; допущены фактические ошибки в содержании реферата или при ответе на дополнительные вопросы; во время защиты отсутствует вывод. |
| <i>Неудовлетворительно</i> | Тема эссе не раскрыта, обнаруживается существенное непонимание проблемы. |

¹ Шкала оценивания определяется разработчиком ФОС

Критерии и шкала оценивания посещаемости занятий

Посещение занятий обучающимися определяется в процентном соотношении

| Баллы | Критерии оценки |
|-------|-------------------------|
| 12 | посещаемость 75 - 100 % |
| 3 | посещаемость 50 - 74 % |
| 0 | посещаемость менее 50 % |

4. Критерии и шкала оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю) при проведении промежуточной аттестации

Критерии и шкала оценивания результатов освоения дисциплины (модуля) с зачетом

Если обучающийся набрал зачетное количество баллов согласно установленному диапазону по дисциплине (модулю), то он считается аттестованным.

| Оценка | Баллы | Критерии оценивания |
|------------------|----------|---|
| <i>Зачтено</i> | 60 - 100 | Набрано зачетное количество баллов согласно установленному диапазону |
| <i>Незачтено</i> | менее 60 | Зачетное количество согласно установленному диапазону баллов не набрано |

5. Задания диагностической работы для оценки результатов обучения по дисциплине (модулю) в рамках внутренней и внешней независимой оценки качества образования

ФОС содержит задания для оценивания знаний, умений и навыков, демонстрирующих уровень сформированности компетенций и индикаторов их достижения в процессе освоения дисциплины (модуля).

Комплект заданий разработан таким образом, чтобы осуществить процедуру оценки каждой компетенции, формируемых дисциплиной (модулем), у обучающегося в письменной форме.

Содержание комплекта заданий включает тестовые задания.

Комплект заданий диагностической работы

| Компетенция ПК-1-н | |
|---------------------------|--|
| 1. | Какой процесс относится к абсолютному концентрированию? (выберите один правильный ответ из заданного списка) 1) микрокомпоненты переводятся из большой массы (объема) образца в малую 2) увеличивается соотношение между микро- и макрокомпонентом 3) проводится замена основы (матрицы), затрудняющей дальнейшее определение, более подходящей 4) микрокомпоненты выделяются в отдельную фазу |
| 2. | Что такое относительное концентрирование? (выберите один правильный ответ из заданного списка) |

| | |
|----|---|
| | <p>1) процесс перевода микрокомпонентов из большой массы или объема в малую</p> <p>2) процесс увеличения соотношения между макро- и микрокомпонентом</p> <p>3) процесс выделения матрицы (основы) образца в отдельную фазу</p> <p>4) процесс выделения микрокомпонента в отдельную фазу</p> |
| 3. | <p>Возможность разделения двух веществ характеризует (выберите один правильный ответ из заданного списка) (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <p>1) константа распределения</p> <p>2) степень извлечения</p> <p>3) коэффициент разделения</p> <p>4) фактор обогащения</p> |
| 4. | <p>Каковы основные преимущества предварительного концентрирования? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <p>1) снижение предела обнаружения микрокомпонента</p> <p>2) сокращение времени анализа</p> <p>3) возможность использования реактива любой степени чистоты</p> <p>4) снижение потерь и загрязнений</p> |
| 5. | <p>Какой процесс относится к групповому концентрированию? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <p>1) выделение за один прием одного микрокомпонента</p> <p>2) выделение за один прием нескольких микрокомпонентов</p> <p>3) последовательное выделение нескольких микрокомпонентов</p> <p>4) выделение макрокомпонента</p> |
| 6. | <p>Какой из перечисленных причин обуславливается необходимость разделения компонентов? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <p>1) отсутствует стандартный образец для построения градуировочного графика</p> <p>2) концентрация определяемых компонентов ниже предела чувствительности используемого метода</p> <p>3) в пробе присутствуют вещества, мешающие определению</p> <p>4) отсутствует маскирующий реагент</p> |
| 7. | <p>Для описания адсорбционных процессов на неоднородных поверхностях при образовании мономолекулярного слоя применяют уравнение (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <p>1) Лэнгмюра</p> <p>2) Генри</p> <p>3) Фрейндлиха</p> <p>4) Брауэра-Эммета-Теллера</p> |
| 8. | <p>Если коэффициент распределения (D) и соотношение объемов водной и органической фаз при экстракции равны 10, то значение R будет равно (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <p>1) 99</p> <p>2) 1</p> <p>3) 50</p> <p>4) 75</p> <p>5) 25</p> |
| 9. | <p>Какой из видов концентрирования целесообразно применить для последующего количественного определения микрокомпонента методом фотометрии? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <p>1) индивидуальное</p> <p>2) групповое</p> <p>3) относительное</p> <p>4) последовательное</p> |

| | |
|---------------------------|---|
| 10. | <p>Какой из видов концентрирования целесообразно применить для последующего количественного определения микрокомпонента атомно- абсорбционным методом? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) индивидуальное 2) групповое 3) относительное 4) абсолютное |
| Компетенция ПК-3-н | |
| 11. | <p>Какой из перечисленных методов относится к электрохимическим методам концентрирования? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) сорбция 2) цементация 3) соосаждение 4) электролиз 5) испарение |
| 12. | <p>В экстракции соли четвертичных аммониевых оснований применяются в качестве (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) кислотных экстрагентов 2) основных экстрагентов 3) нейтральных экстрагентов 4) разбавителей |
| 13. | <p>В каких методах концентрат и матрица находятся в жидкой фазе? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) электролиз на твердом электроде 2) жидкостная экстракция 3) ионный обмен 4) осаждение |
| 14. | <p>Метод, основанный на различии скоростей проникновения частиц через мембрану, называется... (вписать слово)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1)Диализ 2)Диффузия |
| 15. | <p>В каком случае удобнее выделить матрицу? (выберите один правильный ответ из заданного списка)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) матрица сложная (минералы, сплавы, почва) 2) матрица простая (один – два элемента) 3) матрица взаимодействует с материалом сорбента 4) все перечисленные |
| 16. | <p>Выберите свойства, характерные для ионных жидкостей (выберите несколько правильных ответов из заданного списка)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) Негорючесть 2) Горючесть 3) Термическая устойчивость 4) Низкая термическая устойчивость 5) Низкое давление паров 6) Высокой давление паров 7) хорошая смешиваемость с водой 8) Токсичность |
| 17. | <p>Выберите факторы, влияющие на сорбцию органических соединений на неполярных гидрофобных сорбентах (выберите несколько правильных ответов из заданного списка)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) Гидрофобность сорбируемых соединений 2) Удельная поверхность и пористая структура сорбента |

| | |
|-----|--|
| | <p>3) Специфические взаимодействия</p> <p>4) Растворимость в водной фазе</p> |
| 18. | <p>Инертными носителями в распределительной хроматографии являются (выберите несколько правильных ответов из заданного списка)</p> <p>1) пентанол и ацетон,</p> <p>2) силикагель и кремнезем,</p> <p>3) оксид алюминия и крахмал,</p> <p>4) вода и этанол.</p> |
| 19. | <p>Расположите растворители в порядке уменьшения экстракционной способности</p> <p>Ответ запишите в виде последовательности цифр</p> <p>1) предельные углеводороды</p> <p>2) простые эфиры</p> <p>3) спирты</p> <p>4) сложные эфиры</p> |
| 20. | <p>Условием разделения двух веществ является</p> <p>1) $S=0$</p> <p>2) $D_A D_B = 1$</p> <p>3) $R=100\%$</p> <p>4) $D=100$</p> |