

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«ТЮМЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор

А.В. Толстикова

2022 г.



ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ
ПО ДИСЦИПЛИНЕ
ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ В НЕФТЕХИМИИ
по научной специальности 1.4.12. Нефтехимия

1. Паспорт оценочных материалов по дисциплине

№ п/п	Темы дисциплины (модуля) / Разделы (этапы) практики в ходе текущего контроля, вид промежуточной аттестации (зачет, экзамен, с указанием семестра)	Код и содержание компетенции (или ее части)	Оценочные материалы (виды и количество)
1	Теоретические основы инструментальных методов	ПК-14 способность использовать современную научную аппаратуру и методы, используемые при выполнении научных исследований в области нефтехимии (элементный анализ, газовая и жидкостная хроматография, ИК-, УФ-, ЯМР-спектроскопия и масс-спектрометрия, каталитические установки, методы математического моделирования и статистической обработки данных)	Устный ответ, собеседование. Реферат
2	Спектральные методы в нефтехимии		Устный ответ, собеседование. Подготовка к практическим занятиям, тестирование
3	Хроматографические методы в нефтехимии		Устный ответ, собеседование. Подготовка к практическим занятиям, тестирование
8	Зачет (4 семестр)		Ответы на вопросы

2. Виды и характеристика оценочных средств

Устный опрос проводится по теоретическому материалу на практических занятиях. Может проводиться в форме индивидуального собеседования или собеседования в малых группах по вопросам.

Реферат представляет собой краткое изложение содержания научных трудов, литературы по определенной научной теме, материалов правоприменительной практики. Объем реферата может достигать 10-15 стр.; время, отводимое на его подготовку – от 2 недель до месяца. Подготовка реферата подразумевает самостоятельное изучение аспирантом нескольких литературных источников (монографий, научных статей и т.д.) по темам, не рассматриваемым подробно на практическом занятии, систематизацию материала и краткое его изложение. Цель написания реферата – привитие аспиранту навыков краткого и лаконичного представления собранных материалов и фактов в соответствии с требованиями, предъявляемыми к научным отчетам, обзорам и статьям. За время изучения курса аспирант представляет один реферат по предлагаемой теме (из примерного перечня) или формулирует тему самостоятельно, при одобрении темы преподавателем. Контроль – представление реферата.

Зачет проводится в форме собеседования по заранее определенным вопросам. Собеседование имеет целью выявление уровня освоения дисциплины, характеризующего знания обучающегося в соответствии с определенными компетенциями.

Оценочное средство 1. Устный опрос

Проводится по теоретическому материалу на практических занятиях. Для подготовки необходимо проработать лекцию и прочитать рекомендуемую литературу по теме. Устный опрос может проводиться в форме индивидуального собеседования или собеседования в малых группах по вопросам.

Примерная тематика рефератов и опросов

1. Электронные переходы в органических молекулах
2. Колебательно-вращательные переходы в органических молекулах
3. Спиновые ядерные переходы в органических молекулах
4. Адсорбционные свойства органических молекул
5. Методы математической обработки молекулярных спектров
6. Методы математической обработки хроматограмм
7. Методы исследования катализаторов
8. Методы исследования механизмов нефтехимических реакций
9. Современные спектральные и хроматографические приборы

Примерные тесты и вопросы для самоконтроля

Спектральные методы:

1. Какие признаки положены в основу деления шкалы электромагнитных волн на диапазоны и каковы особенности оптического диапазона?
2. Как связано волновое число с длиной волны ?
 1) $\nu = \lambda$; 2) $\Delta\nu = -\Delta\lambda/\lambda^2$; 3) $\nu = c/\lambda$; 4) $\nu = 1/\lambda..$
3. Наибольшая энергия требуется:
 1) для возбуждения электронов;
 2) для возбуждения колебаний атомов в молекуле;
 3) для возбуждения вращений молекулы;
 4) для переориентации спинов ядер.
4. Каково соотношение между энергиями электронных E_e , колебательных E_v и вращательных E_r состояний молекулы?
 1) $E_e > E_v > E_r$; 2) $E_v > E_r > E_e$; 3) $E_r > E_e > E_v$; 4) $E_r > E_v > E_e$.
5. При рассмотрении спектров какого типа необходимо учитывать принцип Франка-Кондона?
 1) ИК-. 2) вращательных. 3) КР-. 4) электронных.
6. В каких областях спектра наблюдаются электронно-колебательно-вращательные, колебательно-вращательные и вращательные спектры?
7. В каких областях спектра проявляются переходы между электронными, колебательными и вращательными состояниями молекул ?
 1) Колебательные — в ИК-области, вращательные — в УФ-области, электронные — в микроволновой.
 2) Колебательные — в микроволновой, электронные — в УФ-области, вращательные — в ИК-области.
 3) Колебательные — в ИК-области, вращательные — в микроволновой, электронные — в УФ-области.
 4) Колебательные — в УФ-области, электронные — в ИК-области, вращательные — в микроволновой.
8. Методы анализа, основанные на измерении поглощенного образцом света, называются :
 1) радиометрией ; 2) абсорбциометрией ; 3) флуориметрией ;
 4) турбидиметрией.

Хроматографические методы:

1. Для какой цели проводят кондиционирование хроматографических колонок? Почему эту процедуру проводят без подключения колонки к детектору?
2. Какое отношение диаметра колонки и размера зерен сорбента является оптимальным для насадочных колонок?
3. Если объем колонки составляет 45 мл, какой объем насадки нужно взять для заполнения колонки?

4. Какой механизм лежит в основе обработки минеральных носителей диметилдихлорсиланом, триметилхлорсиланом и гексаметилдисилазаном? В каком случае образуются опасные газообразные продукты?
5. Если на хроматограмме время удерживания додекана и тетрадекана составляет 12,4 и 14,7 мин, соответственно, какое число теоретических тарелок для этой колонки будет больше: рассчитанное 1) как по додекану так и по тетрадекану, 2) по додекану, 3) по тетрадекану?
6. Если ВЭТТ для металлической колонки (2 м × 3 мм) заполненной полимерным сорбентом Porapak N (80-100 меш) при анализе пробы пропана в гелии (С = 0,3 % об.) составляет 8,3; 6,6; 2,1; 2,7; 4,5 и 5,4 мм при объемной скорости гелия 10; 13; 15; 20; 30 и 40 мл/мин, то какой будет оптимальная скорость газа-носителя для эффективного разделения пропана, изобутана и н-бутана?
7. Можно ли определить мертвое время по воздуху детектором ДТП при использовании хроматографической колонки, заполненной молекулярным ситом СаХ (колонка 2 м × 3 мм, фракция сорбента 0,25-0,30 мм, скорость гелия – 15 мл/мин, температура термостата: 45 °С)?
8. Если анализируемую пробу (объемом 1 мкл) вводили в испаритель хроматографа микрошприцами на 1 и 10 мкл по 5 раз, в каком случае среднее квадратичное отклонение высот и площадей хроматографических пиков будет больше?
9. Какой фактор является определяющим при постоянном времени удерживания анализируемого соединения (скорость газа-носителя, точность поддержания температуры термостата колонок, одинаковая процедура ввода пробы микрошприцом в испаритель)?
10. Если график зависимости исправленных времен удерживания нормальных углеводородов додекан (C₁₂) – тетракозан (C₂₄) имеет перелом после элюирования C₂₁, что можно сказать о температурном режиме термостата колонки (капиллярная колонка НР-5, 30 м × 0,32 мм, линейная скорость гелия – 30 см/с)?
11. Какие соединения могут быть использованы в качестве стандартов при определении индексов удерживания в биохимических исследованиях проб методом газовой хроматографии?
12. Какая комбинация последовательно-работающих детекторов позволит определить концентрацию метилтретбутилового эфира (МТБЭА) в бензине марки А-92?
13. Какой детектор предпочтителен при определении соединений серы в нефти и нефтепродуктах?
14. Какова величина окна поиска индексов Ковача углеводородов в сложной смеси?
15. Какие неподвижные фазы можно использовать при установлении индивидуального состава бензина методом капиллярной газовой хроматографии?

Оценочное средство 2.

Перечень контрольных вопросов для зачета

1. Стационарные состояния атомов и молекул: электронные, колебательные, вращательные, ядерные спиновые. Квантовые переходы между стационарными состояниями, вероятности и правила отбора.
2. Типы молекулярных спектров: электронные, колебательно-вращательные, ЯМР, фотоэлектронные. Методы регистрации и обработки спектров. Качественный, количественный и структурный спектральный анализ.
3. Адсорбционные характеристики органических молекул. Хроматограмма и ее характеристики, методы регистрации и обработки. Время удерживания и индексы удерживания, их связь со строением молекул сорбата и сорбента.
4. Основные методики хроматографического анализа. Качественный, количественный и структурный хроматографический анализ.

5. Идентификация органических соединений спектральными методами: использование УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии. Связь спектра с природой исследуемого вещества. Возможности и ограничения.
6. Количественное определение органических соединений нефти и нефтепродуктов спектральными методами. Чувствительность, селективность и точность анализа. Специфика методики анализа в экологическом мониторинге.
7. Структурный спектральный анализ. Определение структурных фрагментов молекулы (радикалы, функциональные группы, тип скелета, кратные связи и т.д.).
8. Использование спектральных методов для исследования структуры катализаторов нефтехимических реакций.
9. Использование спектральных методов для исследования механизмов нефтехимических реакций.
10. Идентификация органических соединений хроматографическими методами: использование ГЖХ- и ВЭЖХ-методов. Методы повышения качества хроматограммы, подбор детекторов, колонок, неподвижных фаз, элюентов, температурных режимов. Возможности и ограничения.
11. Количественное определение органических соединений нефти и нефтепродуктов хроматографическими методами. Чувствительность, селективность и точность анализа. Специфика методики анализа в экологическом мониторинге.
12. Структурный хроматографический анализ. Индексы удерживания, их связь со строением молекул. Определение структурных фрагментов молекулы (радикалы, функциональные группы, тип скелета, кратные связи и т.д.).