

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования  
«Санкт-Петербургский государственный химико-фармацевтический университет»  
Министерства здравоохранения Российской Федерации

Кафедра аналитической химии

**ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ  
«Б1.В.ДВ.03.01 ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»**

Уровень высшего образования: магистратура

Направление подготовки: 04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки: Медицинская химия и дизайн молекул

Квалификация (степень) выпускника: магистр

Форма обучения: очная

Год набора (приема на обучение): 2024

Срок получения образования: 2 года

Объем: в зачетных единицах: 3 з.е.  
в академических часах: 108 ак.ч.

2024

**Разработчики:**

Доцент, кафедра аналитической химии, кандидат фармацевтических наук Генералова Ю. Э.

Доцент, кафедра аналитической химии, кандидат химических наук Никитина Т. Г.

Фонд оценочных материалов по дисциплине составлен в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки Направление подготовки: 04.04.01 Химия, утвержденного приказом Минобрнауки России от 13.07.2017 №655, с учетом трудовых функций профессиональных стандартов: "Специалист по научно-исследовательским и опытно-конструкторским разработкам", утвержден приказом Минтруда России от 04.03.2014 № 121н.

**Согласование и утверждение**

№	Подразделение или коллегиальный орган	Ответственное лицо	ФИО	Виза	Дата, протокол (при наличии)
1	Методическая комиссия УГСН 04.00.00	Председатель методической комиссии/совета	Алексеева Г. М.	Согласовано	28.05.2024, № 5
2		Ответственный за образовательную программу	Федорова Е. В.	Согласовано	28.05.2024

**Согласование и утверждение образовательной программы**

№	Подразделение или коллегиальный орган	Ответственное лицо	ФИО	Виза	Дата, протокол (при наличии)
1	факультет промышленной технологии лекарств	Декан, Руководитель подразделения	Куваева Е. В.	Согласовано	28.05.2024, № 8

# 1. Планируемые результаты обучения, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы

ПК-4 Способен выбирать методы для эффективной организации работ по синтезу и скринингу биологически активных веществ

ПК-4.3 Осуществляет рациональный выбор методов анализа биологически активных веществ

*Знать:*

ПК-4.3/Зн1 Знает принципиальные критерии выбора методов и методик анализа биологически активных веществ

*Уметь:*

ПК-4.3/Ум1 Умеет использовать знания свойств биологически активных веществ для выбора методов и методик анализа

## 2. Шкала оценивания

### 2.1. Уровни овладения

**Компетенция: ПК-4 Способен выбирать методы для эффективной организации работ по синтезу и скринингу биологически активных веществ**

*Индикатор достижения компетенции: ПК-4.3 Осуществляет рациональный выбор методов анализа биологически активных веществ*

Уровень	Характеристика
Повышенный	Знает принципиальные критерии выбора методов и методик анализа биологически активных веществ. Умеет самостоятельно использовать знания свойств биологически активных веществ для выбора методов и методик анализа
Базовый	Знает некоторые критерии выбора методов и методик анализа биологически активных веществ. Умеет с подсказкой использовать знания свойств биологически активных веществ для выбора методов и методик анализа
Пороговый	Знает минимальные критерии выбора методов и методик анализа биологически активных веществ. Умеет с помощью преподавателя использовать знания свойств биологически активных веществ для выбора методов и методик анализа
Ниже порогового	Не знает принципиальные критерии выбора методов и методик анализа биологически активных веществ. Не умеет использовать знания свойств биологически активных веществ для выбора методов и методик анализа

## 3. Контрольные мероприятия по дисциплине

Вид контроля	Форма контроля/Оценочное средство
Текущий контроль	Круглый стол Тест Контроль самостоятельной работы Протокол практического занятия
Промежуточная аттестация	Зачет

№ п/п	Наименование раздела	Контролируемые ИДК	Вид контроля/ используемые оценочные материалы	
			Текущий	Промежут. аттестация
1	Хроматографические методы анализа	ПК-4.3	Круглый стол Тест Контроль самостоятельной работы Протокол практического занятия	Зачет

#### 4. Оценочные материалы текущего контроля

##### *Раздел 1. Хроматографические методы анализа*

*Контролируемые ИДК: ПК-4.3*

*Тема 1.1. Хроматографические и гибридные методы анализа*

Форма контроля/оценочное средство: Круглый стол

Вопросы/Задания:

1. Подготовьтесь к круглому столу по теме "Применение хроматографических и гибридных методов в анализе БАВ".

Порядок проведения круглого стола:

Студентам выдаются индивидуальные задания по следующим темам:

1. Оптимизация условий парофазного анализа в зависимости от физико-химических свойств аналитов.
2. Области применения реакционной газовой хроматографии.
3. Твердофазное концентрирование примесей и их ВЭЖХ определение.
4. Способы повышения селективности и чувствительности в ВЭЖХ и ТСХ.
5. Практическое применение гель-хроматографии в анализе природных и фармацевтических объектов.
6. Ионная хроматография и ее применение в анализе БАВ.
7. Синтез сорбентов для ВЭЖХ.
8. Особенности аффинной и лигандообменной хроматографии.
9. Применение мицеллярной электрокинетической хроматографии в анализе БАВ.
10. Основные способы концентрирования в электрофоретических методах анализа.

В течение 20-30 мин студент должен представить решение и краткое (5 мин) сообщение по итогам выполненной работы.

Преподаватель предлагает другим студентам дополнить ответ студента по разбираемому заданию.

Преподаватель кратко оценивает полученные результаты, корректирует предложенное решение.

После этого студент в рабочей тетради оформляет отчет по выполненному индивидуальному заданию.

Критерии оценивания: оценивается активность студентов при обсуждении данных вопросов круглого стола.

Если студент выполнил индивидуальное задание и активно участвует в обсуждении вопросов круглого стола, ему ставится оценка "зачтено".

Если студент не выполнил индивидуальное задание и не принимает участия в обсуждении вопросов круглого стола, ему ставится оценка "не зачтено".

Форма контроля/оценочное средство: Тест

Тестирование проводится в электронной информационно-образовательной среде СПХФУ.

Тестирование проводится с ограничением по времени не более 1 минуты на одно тестовое задание закрытого типа и не более 3 минут на тестовое задание открытого типа. Студенту для получения положительного результата предоставляется 1 попытка для прохождения тестирования.

Оценивание осуществляется следующим образом:

60% и более правильных ответов - "зачтено"

менее 60% правильных ответов - "не зачтено"

Вопросы/Задания:

Вопросы теста формируют ПК-4.3

1. Решите задания теста

1. Какие методы и условия анализа рационально использовать для определения летучих термостабильных веществ? (Ответ: Газовая хроматография. Выбор колонки, температурного режима и детектора проводят на основании физико-химических свойств анализируемых веществ).

2. Какие методы и условия анализа рационально использовать для определения летучих хлорорганических соединений? (Ответ: Газовая хроматография. Предпочтительно использовать полярную колонку и электрозахватный детектор. Выбор температурного режима проводят на основании физико-химических свойств анализируемых веществ)

3. Какие методы и условия анализа рационально использовать для определения нелетучих термолабильных веществ? (Ответ: В зависимости от поставленной цели могут быть применены методы ВЭЖХ, ТСХ или КЭ. Выбор условий анализа проводят на основании физико-химических свойств анализируемых веществ)

4. Какие методы и способы определения рационально использовать для количественного определения нелетучих неполярных соединений? (Ответ: Высокоэффективная жидкостная хроматография, в обращенно-фазовом режиме, с УФ-детектированием (при возможности). Способ количественного определения – градуировочный график или метод внешнего стандарта)

5. Какие методы и условия анализа рационально использовать для идентификации веществ? (Ответ: Тонкослойная хроматография, как самый простой и доступный метод. Выбор элюента и способа детектирования проводят на основании физико-химических свойств анализируемых веществ)

6. Какие методы и условия анализа рационально использовать для количественного определения нелетучих полярных соединений? (Ответ: Капиллярный зонный электрофорез с УФ-детектированием. Выбор ведущего буферного электролита и условий анализа проводят на основании физико-химических свойств анализируемых веществ. Способ количественного определения – градуировочный график или метод внешнего стандарта.)

7. Какие есть способы увеличения чувствительности в хроматографических методах анализа (Ответ: Увеличение концентрации определяемых веществ, увеличение объема вводимой пробы, уменьшение шумов, методы предварительного концентрирования, выбор более чувствительного детектора, дериватизация аналитов)

8. Какие есть способы увеличения селективности разделения в ВЭЖХ (Ответ: Рациональный выбор сорбента и природы элюента, оптимизация режима и способа элюирования, дериватизация аналитов)

9. Какие есть способы увеличения селективности разделения в ГХ (Ответ: Рациональный выбор хроматографической колонки (геометрия, природа неподвижной фазы), оптимизация температурного режима, дериватизация аналитов)

10. Какие есть способы увеличения селективности разделения в КЭ (Ответ: Рациональный выбор вида капиллярного электрофореза, природы ведущего буферного электролита, приложенного напряжения)

11. Для чего необходимо введение внутреннего стандарта в анализируемые пробы (Ответ: Для увеличения сходимости получаемых результатов, особенно при использовании сложной

пробоподготовки, для нивелирования погрешности ввода пробы)

12. Какие есть ограничения метода внутренне нормализации при количественной оценки компонентов пробы (Ответ: При использовании метода внутренней нормализации необходимо знать поправочные коэффициенты для всех полученных пиков, быть уверенным в том, что на хроматограмме наблюдаются все компоненты пробы и отсутствует наложение пиков.)

13. Наибольшую чувствительность для определения антрацена будет иметь детектор? Выберите один правильный ответ.

1. спектрофотометрический
2. флуориметрический
3. рефрактометрический
4. масс-спектрометрический
5. диодно-матричный

(Ответ: флуориметрический)

14. Метод стандартной добавки рационально использовать для анализа? Выберите несколько правильных ответов.

1. большого числа однотипных проб
2. небольшого числа однотипных проб
3. проб, имеющих простой матричный состав
4. проб, имеющих сложный матричный состав
5. вместо внутреннего стандарта
6. независимо от введения внутреннего стандарта

(Ответы: 2,4,6)

15. Соотнесите аналит и рациональный тип детектора

1. простые газы
2. спирты
3. хлорорганические соединения
4. P-, S- содержащие соединения
5. Ароматические соединения

А. катарометр

Б. ПИД

В. ЭЗД

Г. ПФД

Д. ФИД

(Ответ: 1А 2Б 3В 4Г 5Д)

Форма контроля/оценочное средство: Контроль самостоятельной работы

Вопросы/Задания:

1. Решите расчетную задачу по теме: Домашнее задание по хроматографическим и смежным методам анализа.

Для оценки используется комплект задач. Полнотекстовые версии задач размещены в рамках электронного учебно-методического комплекса: <http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=3498>.

Способ определения варианта задачи: случайный выбор задачи из соответствующей темы банка заданий.

Структура комплекта задач по теме:

1. Задачи на расчет эффективности разделения методом ГХ.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет эффективности хроматографического анализа.

2. Задачи на расчет индексов удерживания Ковача.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет индексов удерживания для некоторых компонентов анализируемой смеси веществ.

3. Задачи на расчет результатов количественного анализа методом ГХ..

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет содержания целевых компонентов в анализируемой смеси веществ с использованием различных способов количественного расчета.

4. Задачи на расчет параметров удерживания в ГХ.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет абсолютных и относительных параметров удерживания для некоторых компонентов анализируемой смеси веществ.

5. Задачи на расчет параметров, характеризующих влияние состава подвижной фазы на удерживание аналитов.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет абсолютных и относительных характеристик удерживания в зависимости от состава подвижной фазы.

6. Задачи на расчет параметров, характеризующих полярность подвижной фазы и параметра Шатца.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет полярности подвижной фазы содержащей два компонента в различных соотношения и расчет параметра, характеризующего полярность разделяемых органических соединений в зависимости от их структуры..

7. Задачи на расчет параметров, характеризующих предварительное концентрирование аналитов и их последующее определение методом ВЭЖХ..

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет коэффициента и степени концентрирования, которые были достигнуты при проведении хроматографического анализа.

8. Задачи на расчет величины электрофоретической подвижности аналитов.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет скорости и электрофоретической подвижности аналита.

9. Задачи на расчет эффективности и селективности электрофоретического разделения компонентов смеси.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет числа теоретических тарелок, коэффициента селективности или разрешения пиков аналитов.

10. Задачи на расчет содержания аналита в пробе.

Описание: Используя исходные данные, осуществите расчет содержания компонентов в пробе с учетом разбавления с использованием одного из методов количественного расчета результатов анализа.

Критерии оценивания решения домашнего задания:

Максимальная оценка за 100% выполненного задания - 10 баллов, минимальная оценка - 60% выполненного задания - 6 баллов.

2. Выполните самостоятельную работу: Определение состава сложной пробы по индексам удерживания Ковача.,

Для оценки используется комплект заданий. Полнотекстовые версии заданий размещены в рамках электронного учебно-методического комплекса:  
<http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=3498>

Способ определения варианта задания: случайный выбор задания из соответствующей темы банка заданий.

Студенту предлагаются следующие варианты заданий:

Пример 1. Проведите расчет индексов удерживания Ковача на основании табличных данных по временам удерживания аналитов.

Описание: Используя табличные данные, осуществите расчет индексов удерживания аналитов в смеси. Сравните с литературными данными.

Пример 2. Проведите расчет времен удерживания аналитов с использованием табличных данных по индексам удерживания Ковача.

Описание: Используя табличные данные, осуществите расчет времен удерживания аналитов на хроматографической колонке с заданными параметрами.

Пример 3. Проведите расчет оптимальных условий разделения аналитов представленным индексам удерживания Ковача.

Описание: Используя исходные и табличные данные, осуществите выбор оптимальных условий разделения аналитов.

Пример 4. Проведите расчет индексов удерживания Ковача и линейных индексов по хроматограмме в условиях программирования температуры.

Описание: Используя исходные и табличные данные, осуществите сопоставление полученных индексов удерживания при программировании температуры.

Пример 5. Проведите расчет основных хроматографических параметров с использованием индексов удерживания Ковача и представленной хроматограммы.

Описание: Используя исходные и табличные данные, рассчитайте параметры, характеризующие эффективность и селективность хроматографического разделения.

Критерии оценивания решения домашнего задания:

Максимальная оценка за 100% выполненного задания - 10 баллов, минимальная оценка - 60% выполненного задания - 6 баллов.

Форма контроля/оценочное средство: Протокол практического занятия

Вопросы/Задания:

1. Составление и предоставление протокола практического занятия

По окончании каждого практического занятия студенты оформляют протокол практического занятия. Шаблон протокола размещен в рамках электронного учебно-методического комплекса: <http://edu.spcpu.ru/course/view.php?id=3498>. В протоколе должны быть отражены: тема практического занятия, конспект теоретического материала, описание методики выполнения задания, необходимые расчётные формулы, решение задания, заключение. Темы занятий:

1. Расчет основных хроматографических параметров. Проведение качественной идентификации и количественного определения аналитов. методом газовой хроматографии.

2. Оптимизация условий разделения методом ВЭЖХ в зависимости от физико-химических свойств аналитов.

3. Качественная идентификация и количественное определение веществ в методе ВЭТСХ.

4. Расчет параметров, характеризующих разделение в гибридных методах анализа.

Оформленный протокол сдают на проверку преподавателю.

Критерии оценивания:

Оценка "отлично" ставится, если студент своевременно представил протокол ПЗ, в котором отразил все требуемые разделы, произвел все необходимые расчеты, сделал верное и полное заключение по полученным результатам. Оценка "хорошо" ставится в случае, если студент своевременно предоставил протокол ПЗ, в котором отразил все требуемые разделы с небольшими замечаниями, верно произвел все необходимые расчеты, но сделал неверное или неполное заключение. Оценка "удовлетворительно" ставится, если студент предоставил протокол ПЗ, в котором отразил не все требуемые разделы, допустил незначительные ошибки, произвел необходимые расчеты с замечаниями, сделал неверное или неполное заключение. Оценка "неудовлетворительно" ставится в случае, если студент не предоставил протокол ПЗ.

## 5. Оценочные материалы промежуточной аттестации

*Третий семестр, Зачет*

*Контролируемые ИДК: ПК-4.3*

Вопросы/Задания:

1. Представьте портфолио

Для проведения промежуточной аттестации студент представляет преподавателю для проверки портфолио, оформленное в электронном или аналоговом виде, все элементы портфолио должны быть предоставлены своевременно (в соответствии с календарно-тематическим планом). Портфолио формируется в ходе изучения дисциплины. Портфолио, представляемое на промежуточную аттестацию, должно включать:

- протоколы по практическим занятиям, которые содержат конспект теоретического материала и выполненное задание,
- участие во круглом столе,
- пройденное тестирование по теме «Хроматографические и гибридные методы анализа» не менее 60% правильных ответов,
- выполнены все задания самостоятельной работы.

Портфолио студента оценивается в категориях "зачтено-не зачтено".

По результатам проверки портфолио выставляется оценка “ не зачтено”, “зачтено”. Уровень качества ответа студента определяется по следующим критериям.

Оценка “зачтено” выставляется, если для всех элементов компетенций превышен (достигнут) пороговый уровень освоения компетенции на данном этапе (см. раздел 2.1)

Оценка “не зачтено”, если уровень освоения компетенций ниже порогового (см. раздел 2.1)