

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Косенко Сергей Михайлович
Должность: ректор
Дата подписания: 20.06.2024 07:53:30
Уникальный программный ключ:
e3a68f3eaa1e62674b54f49880997706b1ef876

Оценочные материалы для промежуточной аттестации по дисциплине

Контроль качества нефти и продуктов ее переработки

Код, направление подготовки	04.04.01, Химия
Направленность (профиль)	Химия нефти
Форма обучения	очная
Кафедра-разработчик	Химии
Выпускающая кафедра	Химии

Типовые задания для контрольной работы:

1. По результатам анализа элементного состава выделенного из нефти вещества рассчитать его брутто-формулу и предложить наиболее вероятную структурную формулу:

Элементный состав:

углерод - 78,3%,
водород - 4,3%,
сера - 17,4%.

2. На хроматограмме (неизотермический программируемый режим) время удерживания гексана равно 2.1 мин, октана 5.8 мин. Рассчитать время выхода пика гептана.

3. По приведенным молярным коэффициентам поглощения веществ (ϵ , $M^{-1}cm^{-1}$) и результатам спектрометрического анализа образца нефти в 1 см кювете рассчитать концентрации ароматических веществ:

Молярные коэффициенты поглощения веществ:

λ , нм	В-во 1	В-во 2	В-во 3
394	0,995	6,868	0,188
310	6,45	0,215	0,198
280	0,469	1,179	15,052

λ , нм	Спектр нефти (A)
394	0,845
310	0,388
280	1,696

Типовые вопросы к экзамену

Статистическая обработка результатов анализа

Основные понятия и положения математической статистики. Генеральная и выборочная совокупность, генеральные и выборочные параметры. Методы оценки правильности. Способы получения независимых данных. Истинное и действительное значение. Специальные способы проверки и улучшения правильности. Статистические критерии проверки гипотез, их применение для оценки правильности. Критерий Стьюдента, его модификации, предпосылки его применения. Нормальный закон распределения и его роль в аналитической химии. Причины отклонения результатов анализа от нормального распределения. Статистические критерии подчинения совокупности данных нормальному закону распределения и выявления отдельных данных, отклоняющихся от нормального распределения (промахов).

Хроматографические методы

Сущность хроматографического метода. История его возникновения. Современное состояние метода и области применения, значение и место среди других аналитических методов. Режим хроматографических процессов: фронтальный, вытеснительный, элюентный. Классификация хроматографических методов по агрегатному состоянию фаз, механизму взаимодействия сорбат-сорбент, применяемой технике, способу относительного перемещения фаз.

Идентификация веществ. Количественный анализ. Измерение площадей и высот пиков. Методы внутреннего и внешнего стандартов. Источники погрешностей, воспроизводимость измерений.

Газовая хроматография (ГХ)

Принцип метода. Теоретические основы метода. Определяемые вещества. Основные аналитические характеристики. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография.

Аппаратура для газовой хроматографии. Хроматографические колонки, термостаты, детекторы. Классификация детекторов и их важнейшие характеристики (линейность, чувствительность, отношение сигнал/шум, предел обнаружения). Программирование температуры.

Качественный газо-хроматографический анализ. Идентификация веществ на основе величины удерживания. Метод тестеров. Индексы удерживания Ковача. Источники погрешностей при их определении. Методика количественной газовой хроматографии.

Хромато-масс-спектрометрия. Области применения.

Жидкостная хроматография

Принцип метода. Определяемые вещества. Аналитические характеристики современной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Аппаратура для жидкостной хроматографии. Жидкостные хроматографы (колоночные, капиллярные). Насосы. Ввод проб. Колонки. Детекторы и их выбор. Подготовка пробы.

Обращенно-фазовая хроматография на модифицированных сорбентах. Механизм удерживания. Сольвофобная теория удерживания. Влияние структуры сорбатов на удерживание (дипольный момент, поляризуемость, объем молекулы, площадь гидрофобной поверхности). Применение обращенно-фазовой ВЭЖХ.

Тандемные и комбинированные методы анализа

Сущность тандемных методов. Основные проблемы соединения хроматографа и масс-спектрометра. Интерфейсные устройства. Варианты тандемных и комбинированных методов анализа и их особенности: Хромато-ИК-фурье, ГХ/МС, ГХ/МС/МС, ГХ/МС ВР, ГХ/ГХ/МС, ВЖХ/МС. Сравнение характеристик и возможностей различных методов.

Колебательная ИК спектроскопия

Физические основы метода: частота и интенсивность поглощения в колебательных спектрах двухатомных молекул, основные колебания многоатомных молекул. Взаимосвязь инфракрасных спектров и структуры органических молекул: валентные и деформационные колебания, характеристичность колебаний и ее физические причины, факторы, вызывающие сдвиг полос поглощения и изменение их интенсивности. Структурные области ИК спектра.

Принципы отнесения полос поглощения. Последовательность проведения структурного анализа. Количественная ИК спектроскопия

Рентгеновская спектроскопия

Понятие рентгеновского спектра. Классификация методов рентгеновской спектроскопии. Рентгеновская эмиссия, рентгеновская абсорбция, рентгеновская флуоресценция. Непрерывное (тормозное) и характеристическое (линейчатое) рентгеновское излучение. Понятие рентгеноспектрального анализа (РСА). Классификация методов РСА по способу генерации рентгеновского излучения. Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Закон Мозли. Выход рентгеновской флуоресценции. Метрологические характеристики методов РСА (предел обнаружения, относительное стандартное отклонение, глубина отбора аналитической информации, локальность по поверхности).

Количественный анализ. Метод градуировочного графика в РФА. Метод внешнего стандарта в РСМА. Метод фундаментальных физических параметров.

Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия

Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, его разрешающая сила, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные). Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру: метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону.

Основные типы реакций распада органических соединений под электронным ударом. Термические реакции в масс-спектрометре. Метастабильные ионы. Методы двойной и кратной масс-спектрометрии (МС/МС, МСⁿ). Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения. Соединение масс-спектрометра и газового хроматографа. Сущность тандемных методов. Основные проблемы соединения хроматографа и масс-спектрометра. Масс-фрагментография.

Технологический контроль качества нефти и нефтепродуктов

Цели и задачи технического анализа. Нормы, характеризующие качество нефтепродуктов. Современные методы технического анализа. Методики технического анализа. Основные виды нефтепродуктов, выпускаемые на НПЗ. Нормируемые показатели качества нефтепродуктов. Плотность, как относительная характеристика химического состава нефтепродуктов. Методы определения плотности. Вязкость нефтепродуктов. Методы определения. Современное оборудование технического анализа нефтепродуктов. Температурные характеристики нефтепродуктов. Методы определения.

