

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»
Химический факультет

УТВЕРЖДАЮ

Декан химического факультета,
Чл.-корр. РАН, профессор



/С.Н. Калмыков/

«20» мая 2019 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Методы физико-химического анализа

Уровень высшего образования:

Специалитет

Направление подготовки (специальность):

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Направленность (профиль) ОПОП:

Химия твердого тела

Форма обучения:

очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Учебно-методической комиссией факультета
(протокол №3 от 13.05.2019)

Москва 2019

Рабочая программа дисциплины разработана в соответствии с самостоятельно установленным МГУ образовательным стандартом (ОС МГУ) для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки / специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия» (программа специалитета), утвержденного приказом МГУ от 29 декабря 2018 года № 1770 (с изменениями по приказу № 1109 от 11.09.2019).

Год (годы) приема на обучение 2019/2020

1. Место дисциплины (модуля) в структуре ООП: вариативная часть ООП, блок ПД.

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями выпускников). Соответствие результатов обучения по данному элементу ОПОП результатам освоения ОПОП (в форме компетенция – индикатор - ЗУВ) указано в Общей характеристике ОПОП.

Компетенция	Индикатор достижения	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)
<p>ОПК-3.С. Владеет методами регистрации и обработки результатов экспериментов, в том числе, полученных на современном научном оборудовании</p>	<p>ОПК-3.С.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений</p>	<p>Знать: Основные программные продукты и специализированное программное обеспечение, используемое в научно-исследовательской работе</p> <p>Уметь: проводить обработку экспериментальных данных, обобщать полученные результаты.</p>
	<p>ОПК-3.С.2. Оценивает возможные источники ошибок при проведении эксперимента и корректность полученных данных</p>	<p>Знать: Возможности и ограничения применения физических методов исследования химических объектов.</p>
<p>СПК-2.С. Способен использовать теоретические основы методов физико-химического анализа и знание устройства и принципов работы соответствующих приборов (установок) для изучения строения и свойств неорганических материалов; готов разрабатывать новые методики получения и обработки данных</p>	<p>СПК-2.С.1. грамотно выбирает методы и приборы для изучения состава, строения и свойств неорганических веществ</p>	<p>Знать: Теоретические основы физико-химического анализа и используемых в нем методов.</p> <p>Знать: Принципы работы и устройства приборов и установок, используемых для изучения строения и свойств твердотельных неорганических материалов.</p>
<p>СПК-3.С. Способен планировать синтез металлических сплавов и композиционных материалов с определенными эксплуатационными характеристиками на основе информации о диаграммах состояния, применять на практике</p>	<p>СПК-3.С. 1.Способен объяснять выбор условий синтеза металлических сплавов и композиционных материалов с определенными эксплуатаци-</p>	<p>Знать: Современные методы получения металлических сплавов и композиционных материалов.</p>

современные методы получения сплавов и композитов, прогнозировать их поведение при воздействии различных эксплуатационных факторов, применять различные способы защиты металлов и сплавов от коррозионных разрушений	онными характеристиками на основе информации о диаграммах состояния	
--	---	--

3. Объем дисциплины (модуля) составляет 4 зачетных единицы, всего 144 часа, из которых 96 часов составляет контактная работа студента с преподавателем (54 часа занятия лекционного типа, 36 часов – занятия семинарского типа, 2 часа – групповые консультации, 4 часа – промежуточный контроль успеваемости), 48 часов составляет самостоятельная работа студента.

4. Входные требования для освоения дисциплины (модуля), предварительные условия.

Обучающийся должен

Знать: Основы физико-химического анализа многокомпонентных систем; теорию строения кристаллов и частично упорядоченных конденсированных фаз.

Уметь: Находить взаимосвязи между составом, строением, физическими и химическими свойствами твердых тел и объяснять их.

Владеть: Навыками использования базовых физических знаний при решении химических проблем.

5. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам.

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттеста-	Всего (часы)	В том числе	
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них	Самостоятельная работа обучающегося, часы из них

		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации	Всего	Выполнение домашних заданий	Подготовка рефератов и т.п.	Всего
Тема 1.	12	6	4				10	2		2
Тема 2.	12	6	4				10	2		2
Тема 3.	16	8	6				14	2		2
Тема 4.	12	6	4				10	2		2
Тема 5.	12	6	4				10	2		2
Тема 6.	40	22	14				36	4		4
Промежуточная аттестация <u>экзамен</u>	36					4				32
Итого	144	54	36	2		4	96			48

Содержание тем:

Тема 1. Методы синтеза металлических сплавов. Выплавка сплавов. Спекание порошков. Механохимическое сплавление. Равновесные и неравновесные сплавы. Методы закалки и отжига (отпуска).

Тема 2. Методы металлографического исследования металлических сплавов. Приготовление образцов. Изучение микроструктур на оптических и электронных микроскопах: возможности, достоинства и недостатки. Примеры анализа микроструктур.

Тема 3. Электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ. Сканирующий электронный микроскоп. Вторичные и обратно-рассеянные электроны, характеристическое рентгеновское излучение, оже – электроны. Количественный анализ состава образца. Матричные поправки: на поглощение, на атомный номер, на флуоресценцию.

Тема 4. Термические методы анализа. Установки термического и дифференциально-термического анализа, дифференциальной сканирующей калориметрии. Температурные кривые нагревания. Термогравиметрическая и дифференциальная термогравиметрическая кривая. Построение диаграмм состояния по кривым нагревания. Количественный термический анализ ДТА-ДСК.

Тема 5. Масс-спектрометрические исследования. Эффузионный метод Кнудсена. Определение сечения ионизации. Исследование ионно-молекулярных процессов в парах неорганических веществ, определение термодинамических характеристик этих процессов.

Тема 6. Дифракционные методы фазового анализа и определения структуры. Рентгеновский дифрактометр. Рассеяние рентгеновских лучей сложным кристаллом. Интенсивность рефлексов. Метод порошка. Функции фона и профиля. Индексирование дифрактограмм. Уточнение структур методом Ритвелда. Определение структур по монокристалльным данным.

6. Образовательные технологии:

- преподавание дисциплин в форме авторских курсов по программам, составленным на основе результатов исследований научных школ МГУ. Проводятся традиционные лекции с использованием мультимедийных презентаций, а также лекции-демонстрации проблемного характера, посвященные современным методам физико-химического анализа;
 - использование средств дистанционного сопровождения учебного процесса;
 - в ходе семинарских занятий студенты решают задачи, нацеленные на практическое усвоение лекционного материала, обсуждают предложенные преподавателем проблемы, а также отвечают на вопросы преподавателя;
- Усвоению дисциплины способствует проходящий параллельно спецпрактикум "Химия твердого тела", программа которого согласована с программой данного спецкурса.

7. Учебно-методические материалы для самостоятельной работы по дисциплине (модулю):

Студентам предоставляется программа курса, план занятий и перечень заданий для самостоятельной работы. По каждой теме указывается материал в источниках из списков основной и вспомогательной литературы, а также из интернет-ресурсов. Дополнительные материалы размещаются на сайте кафедры общей химии:
www.chem.msu.ru/rus/teaching/general-spec.html

8. Ресурсное обеспечение:

- Перечень основной и вспомогательной учебной литературы ко всему курсу

Основная литература

1. Физические методы исследования неорганических веществ: Учеб. пособие для студентов / Баличева Т.Г., Безрукова Л.П., Звинчук Р.А. и др.; под ред. А.Б. Никольского. – М.: Академия, 2006. – 442 с.
2. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. – М.: Техносфера, 2004. – 377 с.

3. Емелина А.Л. Дифференциальная сканирующая калориметрия. – М.: МГУ, 2009. – 42 с.
4. Физико-химический анализ многокомпонентных систем: Учеб. пособие для студентов вузов / Афиногенов Ю.П., Гончаров Е.Г., Семенова Г.В.; Воронеж. Гос. ун-т. – М.: Моск. физ.-техн. ин-т (Гос. ун-т), 2002. – 264 с.
5. Фазовые диаграммы многокомпонентных систем: Учеб. пособие для студентов вузов / Афиногенов Ю.П.; Воронеж. Гос. ун-т. – М.: МФТИ, 2005. – 204 с.
6. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического применения: Учеб. пособие для студентов вузов / Криштал М.М., Ясников И.С., Полуниин В.И. и др. – М.: Техносфера, 2009. – 206 с.
7. Калмыков К.Б., Дмитриева Н.Е. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный анализ неорганических материалов: Метод. пособие для студентов хим. факультета МГУ. – М.: МГУ, 2017. – 58 с.

Дополнительная литература

1. Богомоллова Н.А. Практическая металлография. М.: Высшая школа, 1978. –272 с.
 2. Сидоров Л.Н., Коробов М.В., Журавлева Л.В. Масс-спектральные термодинамические исследования. М.: МГУ, 1985. –208 с.
 3. Гаранин В.К., Кудрявцева Г.П. и др. Электронно-зондовые методы изучения материалов. Руководство к лабораторным занятиям. М.: МГУ, 1987. –140 с.
 4. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Методы испытания на микротвердости. Приборы. М.: Наука, 1965. –224 с.
- Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса, включая программное обеспечение, информационные справочные системы:
 1. Springer Materials Landolt-Börnstein Database: www.springermaterials.com/docs/index.html
 2. База данных «Термические Константы Веществ»: www.chem.msu.ru/cgi-bin/tkv.pl?show=welcome.html
 3. База структурных и термодинамических данных для бинарных систем Pauling File
 4. Сайт разработки программы FullPROF: www.ill.eu/sites/fullprof

Материально-техническое обеспечение: занятия проводятся в обычной аудитории, оснащенной доской и мелом (маркерами), персональным компьютером и мультимедийным проектором

9. Язык преподавания – русский

10. Преподаватели:

к.х.н., в.н.с. Грибанов Александр Викторович, avgri@mail.ru, 8(495)939-17-80.

К.х.н., в.н.с. Кузнецов Виктор Николаевич, vnk@general.chem.msu.ru, 8(495)939-35-38

д.х.н., профессор Яценко Александр Васильевич, yatsenko@struct.chem.msu.ru, 8(495)939-34-56.

к.х.н., н.с. Арутюнян Наталья Анриевна, naarutyunyan@gmail.com, 8(495)939-18-40.
к.х.н., в. н.с. Калмыков Константин Борисович, kbkalmykov@mail.ru, 8(495)939-18-40.

Фонды оценочных средств, необходимые для оценки результатов обучения

Образцы оценочных средств для текущего контроля усвоения материала и промежуточной аттестации - экзамена. На экзамене проверяется достижение ЗУВ, перечисленных в п.2.

Вопросы для экзамена:

1. Методы получения сплавов с переводом компонентов в жидкое состояние.
2. Методы получения сплавов без перевода компонентов в жидкое состояние. Охарактеризуйте эти методы.
3. Какие печи используются в лаборатории для получения сплавов? От чего зависит выбор печи для эксперимента?
4. Какие печи используются для получения сплавов с температурой плавления ниже 1400°C и выше указанной температуры?
5. Устройство печи индукционного нагрева. Преимущества данного метода получения сплавов.
6. Устройство дуговой печи. Преимущества данного метода получения сплавов.
7. Методы нанесения покрытий: химический, электрохимический, наплавка, напыление и др.
8. Методы подготовки поверхности для нанесения покрытий. Требования к поверхностям.
9. Термическая обработка сплавов. Выбор режима термообработки.
10. Подготовка образцов для исследования микроструктуры. Методы выявления структуры (микроструктуры) шлифов.
11. Методы измерения твердости и микротвердости как методы ФХА. Сведения получаемые из результатов измерения микротвердости.
12. Взаимосвязь между твердостью и другими механическими характеристиками (например, прочностью, пластичностью).
13. Методы динамического и статического испытания твердости. Преимущества каждого из них.
14. Методы измерения твердости при статическом нагружении. Определение твердости по Бринеллю, по Виккерсу и по Роквеллу. В чем преимущества каждого метода?
15. Связь между типом диаграммы состояния и зависимостью твердости от состава сплава. Связь между составом сплава и микротвердостью.
16. Преимущества и недостатки метода измерения микротвердости перед методом измерения твердости.
17. Как с помощью микроструктурного анализа определить:
 - химическую неоднородность, вызванную процессом кристаллизации из жидкости;
 - фазы, выделившиеся при первичной кристаллизации;
 - тип межфазного взаимодействия (эвтектика, перитектика, монотектика);
 - количество фаз в сплаве?

18. Способы выявления микроструктуры (химическое травление, электрохимическое травление, тепловое травление, катодное травление в вакууме). В чем преимущества и недостатки каждого метода?
19. Определение фазовых границ с помощью микроструктурного анализа. Перечислите существующие методы. Какова погрешность каждого из них?
20. Методы термического анализа. Их применение.
21. Какие физические параметры регистрируются в методах термогравиметрии (ТГА), дифференциально-термического анализа (ДТА) и дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК)?
22. Как влияют физические и химические процессы (фазовые переходы, плавление, диссоциация и разложение, окисление и восстановление) на вид термической кривой нагревания?
23. Последовательность построения фазовых диаграмм состояния методом ДСК.
24. Калибровка приборов термоанализа. Калибровка по температуре. Калибровка по теплоте. Калибровка по тепловому потоку.
25. Калибровка приборов термоанализа. Требования к стандартам.
26. Какие задачи материаловедения можно решать методом рентгено-спектрального микроанализа?
27. Формирование электронного зонда. Ток зонда. Зависимость диаметра электронного зонда от его тока.
28. Подготовка образцов для исследования с помощью электронного сканирующего микроскопа. Выбор материала непроводящего покрытия.
29. Виды излучения, образующиеся при взаимодействии электронного зонда с образцом. Вторичные электроны. Обратное рассеянные (отраженные) электроны. Характеристическое рентгеновское излучение.
30. Приборные поправки в количественном анализе.
31. Зона генерации рентгеновского излучения (локальность). Процессы, приводящие к образованию характеристического рентгеновского излучения.
32. Основные принципы количественного анализа, матричные эффекты и стандарты.
33. Принципы получения и оптимизации изображения.
34. Типы детекторов, особенности изображения при использовании различных детекторов.
35. Для чего нужна количественная оптимизация при EDX анализе?
36. Зачем проводится стандартизация и оптимизация профиля?
37. Основные принципы масс-спектрометрии. Схема и основные характеристики масс-спектрального прибора.
38. Типы и основные характеристики масс-анализатора.
39. Основные типы детекторов. Принцип их работы. Регистрация ионных токов в масс-спектрометрии.
40. Эффузионный метод Кнудсена. Измерение парциальных давлений компонентов пара.
41. Схема высокотемпературного масс-спектрального эксперимента
42. Способы ионизации. Определение сечения ионизации.
43. Расчет парциального давления компонента пара по интенсивности ионного тока
44. Расчет констант равновесия и энтальпий реакций ионно-молекулярных процессов в парах неорганических веществ

45. Способы расчета термодинамических свойств сплавов с использованием результатов высокотемпературных масс-спектрометрических измерений.
46. Принцип работы, устройство и спектр рентгеновской трубки.
47. Типы дифрактометров, их оптические схемы.
48. Монохроматизация и коллимирование рентгеновского излучения в дифрактометрии.
49. Типы детекторов в дифрактометрии и принципы их работы.
50. Рассеяние рентгеновских лучей электроном и атомом. Фактор атомного рассеяния. Аномальное рассеяние рентгеновских лучей, дисперсионные поправки.
51. Рассеяние рентгеновских лучей кристаллом. Формула Вульфа-Брэгга. Индексы рефлексов.
52. Структурный фактор и структурная амплитуда рефлекса. Температурный фактор. Интенсивность рефлекса.
53. Операции симметрии, элементы симметрии, пространственные группы.
54. Классы Лауэ, эквивалентные рефлексы, закон Фриделя.
55. Причины нарушения закона Фриделя в результате аномального рассеяния.
56. Систематические погасания, определение пространственных групп по погасаниям.
57. Порошковая дифрактограмма, положения на ней дифракционных линий, систематические сдвиги и их причины.
58. Интенсивность линий на порошковой дифрактограмме. Приборные факторы, неструктурные факторы, связанные с образцом и факторы, обусловленные его кристаллической структурой.
59. Функции, используемые для аналитической аппроксимации фона и профиля рефлексов.
60. Определение неизвестных параметров элементарной ячейки по порошковым дифракционным данным. Представления о методах индентирования, лежащих в основе трех важнейших программ: DICVOL, TREOR и ITO.
61. Определение интенсивностей рефлексов методом разложения профиля. Метод Ле Бейла, уточняемые и рассчитываемые параметры в этом методе.
62. Уточнение структур методом Ритвелда. Уточняемые параметры. Критерии уточнения, стандартные ошибки определения уточняемых параметров и проблема серийных корреляций.
63. Уточнение структур со смешанной заселенностью атомных позиций.
64. Методы качественного и количественного состава многофазных образцов, применение метода Ритвелда.
65. Учет преимущественной ориентации кристаллитов.
66. Определение из дифракционных данных размеров и формы кристаллитов, а также напряжений кристаллической решетки.
67. Порошковая дифрактометрия с использованием синхротронного излучения: дополнительные возможности.
68. Нейтронография. Законы рассеяния тепловых нейтронов. Возможности нейтронографии.
69. Монокристалльная дифрактометрия. Принцип устройства монокристалльного дифрактометра.
70. Принципы определения структур прямыми методами по монокристалльным данным.

Методические материалы для проведения процедур оценивания результатов обучения

Шкала оценивания знаний, умений и навыков является единой для всех дисциплин (приведена в таблице ниже)

ШКАЛА И КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)				
Оценка \ Результат	2	3	4	5
Знания	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания	Общие, но не структурированные знания	Сформированные систематические знания
Умения	Отсутствие умений	В целом успешное, но не систематическое умение	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение (допускает неточности непринципиального характера)	Успешное и систематическое умение
Навыки (владения)	Отсутствие навыков	Наличие отдельных навыков	В целом, сформированные навыки, но не в активной форме	Сформированные навыки, применяемые при решении задач

РЕЗУЛЬТАТ ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)	ФОРМА ОЦЕНИВАНИЯ
<p>Знать: Возможности и ограничения применения физических методов исследования химических объектов.</p> <p>Знать: Основные программные продукты и специализированное программное обеспечение, используемое в научно-исследовательской работе</p> <p>Знать: Теоретические основы физико-химического анализа и используемых в нем методов.</p> <p>Знать: Принципы работы и устройства приборов и установок, используемых для изучения строения и свойств твердотельных неорганических материалов.</p> <p>Знать: Современные методы получения металлических сплавов и композиционных материалов.</p>	мероприятия текущего контроля успеваемости, устный опрос на экзамене
<p>Уметь: проводить обработку экспериментальных данных, обобщать полученные результаты</p>	мероприятия текущего контроля успеваемости, устный опрос на экзамене