

Программа утверждена на заседании  
Ученого Совета химического факультета  
Протокол № 4 от 26 мая 2017 г.

Декан химического факультета,  
Акад. РАН, профессор

 /В.В. Лунин/

### Рабочая программа дисциплины (модуля)

1. Наименование дисциплины: **Спецпрактикум.**

*Основная цель дисциплины:* Спецпрактикум является практическим продолжением курса лекций по методам исследования неорганических соединений. Основная цель дисциплины - ознакомление студентов с приборами, имеющимися на кафедре неорганической химии, с методологическими особенностями проведения анализа объектов на этих приборах.

2. Уровень высшего образования – магистратура

3. Направление подготовки - 04.04.01 «Химия»

4. Место дисциплины в структуре ООП: вариативная часть ООП, профессиональный цикл.

5. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями выпускников)

<b>Формируемые компетенции (код компетенции)</b>	<b>Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)</b>
<b>(МПК-5) Способность обоснованно выбирать и применять современные методы исследования состава, структуры и свойств</b>	34 (МПК-5) <b>Знать:</b> теоретические основы, практические и методологические особенности методов исследования неорганических веществ.
	У4(МПК-5) <b>Уметь:</b> выбрать условия проведения исследования исходя из методологических особенностей метода, подготовить образец к анализу
	В4(МПК-5) <b>Владеть:</b> программным обеспечением методов исследования

<b>неорганических веществ и материалов.</b>	
---	--

6. Объем дисциплины (модуля) в зачетных единицах с указанием количества академических или астрономических часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающихся:

*Объем дисциплины (модуля) составляет 2 зачетные единицы, всего 72 часа, из которых 60 часов составляет контактная работа студента с преподавателем (54 часа – лабораторные работы и 6 часов на проведение промежуточной аттестации), 12 часов составляет самостоятельная работа учащегося.*

7. Входные требования для освоения модуля, предварительные условия.

Для полноценного усвоения данного образовательного модуля **необходимо:**

- **знать** основные естественнонаучные дисциплины в рамках образовательной программы бакалавра; изучение дисциплин данного модуля опирается, главным образом, на теоретических знаниях в области неорганической химии, кристаллохимии и физической химии, общей физики.
- **уметь** пользоваться химической литературой, справочной литературой и современными интернет-ресурсами;
- **владеть** базовыми навыками работы с компьютерными программами.

8. Аннотация содержания дисциплины (модуля)

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттестации по дисциплине	Всего (з.е. / 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, в т.ч., лабораторные и практические работы	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости коллоквиумы, практические контрольные занятия* и	<b>Всего</b>	Выполнение домашних заданий	Подготовка к контрольным работам, написание отчетов о проделанной работе.	<b>Всего</b>
Раздел 1. Рентгеновские методы исследования.	32		24			2	26	2	2	4
Раздел 2. Термические методы анализа.	17		12			2	14	2	2	4
Раздел 3. ИК-спектроскопия.	17		12			2	14	2	2	4
<b>Промежуточная аттестация</b>	6						6			
<b>Итого</b>	<b>72</b>		48			6*	<b>60</b>	6	6	<b>12</b>

\* Текущий контроль проводится в рамках лабораторных занятий

### Содержание разделов дисциплины

*Тематические разделы и названия задач, выполняемых на лабораторных работах.*

**Раздел 1. Рентгеновские методы исследования.**

**Задача 1. Название задачи Рентгенофазовый анализ**

Содержание задачи Профильный анализ экспериментальной дифрактограммы смеси двух или трех неорганических соединений с использованием программного пакета WinXrow. Фазовый анализ на основе рентгенографической базы PC PDF-2 с использованием метода Ханавальта. В случае необходимости - фазовый анализ с учетом выборки отдельных рефлексов и поиска фаз с заранее заданными условиями. Количественная оценка содержания фаз в данном экспериментальном образце.

**Задача 2. Название задачи Индицирование дифрактограммы соединения, кристаллизующегося в кубической сингонии.**

Содержание задачи Профильный анализ экспериментальной дифрактограммы соединения, кристаллизующегося в кубической сингонии. Определение предварительных значений параметров индицирования, их уточнение. Анализ параметров индицирования на наличие погасаний. Уточнение с использованием выбранного типа центрировки, сравнение по критерию правильности индицирования с предыдущим результатом. Индицирование в автоматическом режиме, используя алгоритм Вернера (TREOR) и варьируя параметры поиска решения для получения корректного результата.

## ***Раздел 2. Термические методы анализа.***

**Задача 1. Название задачи Термические методы анализа.**

Содержание задачи Повторение физико-химических основ методов термогравиметрии (ТГ), дифференциально-термического анализа (ДТА), дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), масс-спектрометрии (МС) как метода анализа состава отходящих газов, дилатометрии (ДИЛ). Знакомство с основными узлами и характеристиками приборов. Изучение влияния различных факторов на вид термических кривых в методах ТГ и ДТА. Анализ методом МС состава газовой фазы, образующейся при термическом разложении различных неорганических веществ. Исследование методом ДИЛ изменения длины образцов при нагревании, расчет коэффициентов термического расширения.

## ***Раздел 3. ИК-спектроскопия.***

**Задача 1. Название задачи Исследование реакционной способности поверхности твердых веществ методом ИК спектроскопии.**

Содержание задачи Основы метода ИК-спектроскопии. Изучение устройства и техники работы на ИК-Фурье спектрометре (Perkin Elmer). Запись ИК-спектров в режиме диффузного отражения на воздухе при комнатной температуре. Исследование процессов адсорбции – десорбции различных газов ( $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $NO_2$ ,  $NH_3$ ,  $H_2S$ ) на поверхности твердых веществ в температурном интервале 20 – 800 °С. Запись ИК-спектров в режиме диффузного отражения в атмосфере, содержащей целевой газ в указанном температурном интервале. Отнесение полос в ИК-спектре. Анализ активных центров на поверхности твердого вещества. Полуколичественная оценка изменения концентрации адсорбированных молекул на поверхности в зависимости от температуры.

**Задача 2. Название задачи Исследование кристаллической структуры неорганических соединений методом ИК-спектроскопии.**

Содержание задачи Повторение основ метода ИК-спектроскопии. Теоретический анализ кристаллической структуры образцов: определение количества нормальных колебаний небольших молекул или ионов, их неприводимых представлений и активности в ИК-спектрах при помощи таблиц характеров. Изучение устройства и техники работы на ИК-Фурье спектрометре (Perkin Elmer)

Spectrum One). Выбор и обоснование режима записи ИК-спектров образцов. Подготовка образцов и запись ИК-спектров в выбранном режиме (пропускание, нарушенное полное внутреннее отражение, диффузное отражение). Отнесение полос в спектрах.

### **Самостоятельное изучение разделов дисциплин**

Самостоятельная работа студентов состоит в проработке лекционного материала, подготовке к контрольным работам, выполнению домашних заданий, а также подготовке к экзамену.

### **Примерный перечень видов работ, проводимых самостоятельно:**

- Работа с рекомендованной литературе по теме: Рентгеновские методы исследования. Обработка полученных экспериментальных данных и подготовка письменного отчета.
- Работа с рекомендованной литературе по теме: Термические методы анализа. Обработка полученных экспериментальных данных и подготовка письменного отчета.
- Работа с рекомендованной литературе по теме: ИК-спектроскопия. Обработка полученных экспериментальных данных и подготовка письменного отчета.
- Подготовка к зачету.

### **9. Образовательные технологии:**

-применение компьютерных симуляторов, обработка данных на компьютерах;

-использование средств дистанционного сопровождения учебного процесса;

-преподавание дисциплин в форме авторских курсов по программам, составленным на основе результатов исследований научных школ МГУ.

### **10. Ресурсное обеспечение:**

#### **Основная литература**

1. Ковба Л.М., Трунов В.К. Рентгенофазовый анализ– М.: МГУ. 1976.
2. Сиенко М., Плейн Р., Хестер Р. Структурная неорганическая химия. – М.: Мир. 1968.
3. Вест А. Химия твердого тела. Теория и приложения. – М.: Мир. 1988.
4. Егунов В.П. Введение в термический анализ. – М.: Мир. 1996.
5. Шестак Я. Теория термического анализа. – М.: Мир. 1987.
6. Накамото К. ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. – М.: Мир. 1991.

### **Дополнительная литература**

1. Пентин Ю.А., Курамшина Г.М. Основы молекулярной спектроскопии. – М.: Мир. 2008.
2. Давыдов А.А. ИК-спектроскопия в химии поверхности окислов. – М.: Наука. 1984.

### **Программное обеспечение и интернет-ресурсы**

1. Программное обеспечение: WinXrow (программный пакет STOE)
2. Профессиональные поисковые системы PC PDF-2.
3. Программное обеспечение Proteus приборов STA 409 PC Luxx, QMS 403 CF Aölos, DIL 402 C (NETZSCH-Gerätebau GmbH, Германия).
4. Программное обеспечение ИК-Фурье спектрометра; программа обработки спектров PeakFit; программа обработки данных Origin.
5. Профессиональные поисковые системы, база данных NIST Chemical WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry/>).
6. Программное обеспечение ИК-Фурье спектрометра Spectrum 5.0.1 или последующие версии; программы для построения спектров (на выбор) Origin, MS Excel, ACD Freeware (бесплатная), OpenOffice Spreadsheet (бесплатная); текстовые редакторы MS Word или OpenOffice TextDocument (бесплатная).
7. [http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi](http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi) База данных AIST
8. <http://webbook.nist.gov/chemistry/> База данных NIST

11. Язык преподавания – русский

12. Преподаватели: доцент, к.х.н. Шаталова Т.Б., доцент, к.х.н. Розова М.Г., м.н.с. к.х.н. Колесник И.В.

### **Фонды оценочных средств, необходимые для оценки результатов обучения**

1. Планируемые результаты обучения для формирования компетенций в Приложении.
2. Материалы к текущей (контрольные работы), промежуточной аттестации (вопросы к экзамену).

## **Оценочные средства для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации**

Текущий контроль успеваемости проводится еженедельно. Критерии формирования оценки – посещаемость занятий, активность работы студентов на лабораторных занятиях, уровень подготовки к лабораторным занятиям, отчеты о проделанной работе.

### **Темы лабораторных работ, выполняемых магистрантами по данной дисциплине.**

Задача 1. Рентгенофазовый анализ

Задача 2. Индицирование дифрактограммы соединения, кристаллизующегося в кубической сингонии.

Задача 3. Термические методы анализа.

Задача 4. Исследование реакционной способности поверхности твердых веществ методом ИК спектроскопии.

Задача 5. Исследование кристаллической структуры неорганических соединений методом ИК-спектроскопии.

### **Промежуточный контроль успеваемости (вопросы к зачету)**

Для аттестации по итогам освоения дисциплины «Спецпрактикум» предусмотрен зачет. Для курса разработана балльно-рейтинговая система, оценка за зачет проставляется с учетом успеваемости обучающегося при работе в семестре. Зачет проводится устно и включает в себя ответы на вопросы из перечня:

#### **1.1. Рентгенофазовый анализ**

1. Каков спектральный состав рентгеновского излучения?

2. От чего зависит длина волны рентгеновского излучения?

3. Как влияет выбор материала анода на вид рентгенограммы?

4. Закон Брэгга-Вульфа.

5. Какие факторы влияют на положение и интенсивность линий на рентгенограмме?

6. Базы рентгенографических данных. Основные ключевые параметры для поиска соединений в автоматическом режиме.

7. Какие критерии можно использовать для фазового анализа смеси веществ?

#### **1.2. Индицирование дифрактограммы соединения, кристаллизующегося в кубической сингонии**

1. Какие аналитические функции используются для описания профиля рефлексов на рентгенограмме?

2. Индексы Миллера. Формула, связывающая межплоскостные расстояния индексы Миллера.

3. Какие типы центрировки возможны в кубической сингонии?

4. Анализ погасаний по результатам индицирования и определение центрировки кубической элементарной ячейки.

5. Критерии правильности индицирования.

## **2. Термические методы анализа**

1. Преимущества проведения термического анализа в динамической атмосфере.
2. Особенности проведения анализа металлов и сплавов для определения их температур плавления.
3. В каких условиях нужно проводить анализ образца для а) определения промежуточных стадий разложения; б) получения пиков ДТА с хорошим разрешением; в) обнаружения слабо выраженных переходов.
4. Как определить, какой газ образовался при разложении образца, если массовые числа различных ионов одинаковые?

### **3.1. Исследование реакционной способности поверхности твердых веществ методом ИК спектроскопии.**

1. Какую информацию об адсорбционной/реакционной способности поверхности вещества по отношению к молекулам газа удалось получить?
2. Какая пробоподготовка потребовалась для проведения измерений и почему?
3. Особенности съемки ИК-спектров с использованием высокотемпературной проточной камеры: ограничение диапазона регистрируемых волновых чисел, из-за чего?
4. Достоинства и недостатки метода ИК-спектроскопии при исследовании химических процессов на поверхности твердых веществ.

### **3.2. Исследование кристаллической структуры неорганических соединений методом ИК-спектроскопии.**

1. Какую информацию об исследуемых образцах удалось получить при анализе их ИК-спектров в ходе выполнения практикума?
2. Какую пробоподготовку было необходимо провести перед измерениями и почему?
3. Каково влияние дисперсности образца и его коэффициента поглощения на вид ИК-спектра?
4. Какие особенности фонового спектра необходимо учитывать при измерении спектров образцов и обработке данных?
5. Является ли полученная информация уникальной для метода ИК-спектроскопии или может быть получена/дополнена результатами других методов.

---

## КАРТА КОМПЕТЕНЦИИ ВЫПУСКНИКА ПРОГРАММЫ МАГИСТРАТУРЫ МГУ

---

Код и название КОМПЕТЕНЦИИ:

**(МПК-5) Способность обоснованно выбирать и применять современные методы исследования состава, структуры и свойств неорганических веществ и материалов.**

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА КОМПЕТЕНЦИИ

Тип КОМПЕТЕНЦИИ:

**Специализированная** компетенция выпускника программы магистратуры по направлению подготовки 04.04.01 Химия.

ПОРОГОВЫЙ (ВХОДНОЙ) УРОВНЬ ЗНАНИЙ, УМЕНИЙ, ОПЫТА ДЕЯТЕЛЬНОСТИ, ТРЕБУЕМЫЙ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ КОМПЕТЕНЦИИ

Для того чтобы формирование данной компетенции было возможно, обучающийся, приступивший к освоению программы магистратуры, должен:

**ЗНАТЬ:** основные естественнонаучные дисциплины в рамках образовательной программы бакалавра; изучение дисциплин данного модуля опирается, главным образом, на теоретических знаниях в области неорганической химии, кристаллохимии и физической химии, общей физики.

**УМЕТЬ:** пользоваться химической литературой, справочной литературой и современными интернет-ресурсами.

**ВЛАДЕТЬ:** базовыми навыками работы с компьютерными программами.

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ КОМПЕТЕНЦИИ (МПК-5) И КРИТЕРИИ ИХ ОЦЕНИВАНИЯ

Планируемые результаты обучения	Критерии и показатели оценивания результатов обучения					Оценочные средства
	1	2	3	4	5	
	Неудовлетворительно	Неудовлетворительно	Удовлетворительно	Хорошо	Отлично	
<p><b>Знать:</b> теоретические основы, практические и методологические особенности методов исследования неорганических веществ. <b>Код 34 (МПК-5)</b></p>	Отсутствие знаний	Фрагментарные представления о теоретических основах, практических и методологических особенностях методов исследования неорганических веществ.	В целом успешные, но не систематические представления о теоретических основах, практических и методологических особенностях методов исследования неорганических веществ.	В целом успешные, но содержащие отдельные пробелы, представления о теоретических основах, практических и методологических особенностях методов исследования неорганических веществ.	Сформированные представления о теоретических основах, практических и методологических особенностях методов исследования неорганических веществ.	Письменные и устные отчеты по выполненным задачам. Устное собеседование на зачете.
<p><b>Уметь:</b> выбрать условия проведения исследования исходя из методологических особенностей метода, подготовить образец к анализу. <b>Код У4 (МПК-5)</b></p>	Отсутствие умений	Фрагментарное использование умения выбирать условия проведения исследования исходя из методологических особенностей	В целом успешное, но не систематическое умение выбирать условия проведения исследования исходя из методологических особенностей метода, готовить	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы использование умения выбирать условия проведения исследования исходя из методологических особенностей метода, готовить образец к	Сформированное умение выбирать условия проведения исследования исходя из методологических особенностей метода, готовить образец к анализу.	Письменные и устные отчеты по выполненным задачам. Устное собеседование на зачете.

		метода, готовить образец к анализу.	образец к анализу.	анализу.		
<b>Владеть:</b> программным обеспечением методов исследования. <b>Код В4 (МПК-5)</b>	Отсутствие навыков	Фрагментарное применение владения программным обеспечением методов исследования.	В целом успешное, но не систематическое применение владения программным обеспечением методов исследования.	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы применение владения программным обеспечением методов исследования.	Успешное и систематическое применение владения программным обеспечением методов исследования.	Письменные и устные отчеты по выполненным задачам. Устное собеседование на зачете.

#### ИТОГОВЫЙ КОНТРОЛЬ СФОРМИРОВАННОСТИ КОМПЕТЕНЦИИ У ОБУЧАЮЩЕГОСЯ

Итоговый контроль сформированности компетенции – государственный экзамен, ВКР  
Промежуточная аттестация (зачет, экзамен) согласно учебному плану: зачет.