

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/

«22» мая 2020 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Спецпрактикум «Химия твердого тела»

Уровень высшего образования:

Магистратура

Направление подготовки (специальность):

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) ОПОП:

Химия твердого тела

Форма обучения:

очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Учебно-методической комиссией факультета
(протокол №3 от 12.05.2020)

Москва 2020

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 04.04.01 «Химия» (программа магистратуры), утвержденного приказом МГУ от 30 августа 2019 года № 1033.

Год (годы) приема на обучение 2020/2021

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>ПК-2.М. Способен в рамках задачи, поставленной специалистом более высокой квалификации, проводить исследования в избранной области химии и (или) смежных наук, учитывая актуальные тенденции в соответствующей области науки; оценивать научную новизну, достоверность и практическую значимость результатов научных исследований</p>		<p>Уметь: проводить математическую обработку физико-химических данных, обобщать полученные результаты; Владеть: навыками работы на современной научной аппаратуре при проведении научных исследований в выбранной области химии; Уметь: оценить корректность полученных данных и возможные источники ошибок</p>
<p>СПК-2.М. Способен применять теоретические основы методов исследования, знание устройства и принципов работы современного оборудования для изучения строения и свойств твердых веществ и материалов; разрабатывать новые методики получения и обработки данных</p>	<p>СПК-2.М.1. обоснованно выбирает методы и приборы для изучения состава, строения и свойств твердых веществ и материалов; СПК-2.М.2. осуществляет подготовку образцов для исследования различными методами анализа, обрабатывает и адекватно интерпретирует полученные результаты; СПК-2.М.3. разрабатывает новые или модернизирует существующие методики получения и обработки данных;</p>	<p>Уметь: применять методы исследования состава, структуры и свойств для характеристики материалов; Уметь: модернизировать существующие и разрабатывать новые методики измерений состава и свойств конструкционных и функциональных материалов; Владеть методиками сбора и обработки данных, получаемых различными методами исследования свойств материалов; Владеть методиками подготовки образцов для различных методов исследования материалов и химических систем.</p>
<p>СПК-3.М. Способен планировать и осуществлять синтез конструкционных и функциональных материалов с заданными свойствами на основе представлений химической термодинамики и кинетики,</p>	<p>СПК-3.М.1. на основе информации о диаграммах состояния многокомпонентных систем определяет условия синтеза конструкционных и функциональных материалов с определенными эксплуатационными ха-</p>	<p>Уметь: на основе информации о строении диаграмм состояния систем выбирать пределы легирования и режимы термической обработки при получении композиционных материалов.</p>

прогнозировать и оценивать их поведение при воздействии различных эксплуатационных факторов	<p>рактическими.</p> <p>СПК-3.М.3. обоснованно выбирает методы химического модифицирования твердотельных материалов с целью оптимизации их функциональных свойств и защиты от коррозионных разрушений</p>	<p>Уметь: на основе теоретических знаний о современных высокоэффективных каталитических материалах определять условия синтеза катализаторов с заранее заданными свойствами</p> <p>Владеть: методами химического модифицирования твердотельных материалов с целью оптимизации их функциональных свойств</p>
---	--	--

3. Объем дисциплины (модуля) составляет 6 зачетных единиц, всего 216 часов, из которых 156 часов составляет контактная работа студента с преподавателем (152 часа – лабораторные занятия, 4 часа – промежуточный контроль успеваемости), 60 часа составляет самостоятельная работа студента.

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

Обучающийся должен

Знать: Основы физико-химического анализа многокомпонентных систем; Теоретические основы физических методов изучения состава и свойств веществ и материалов.

Уметь: Проводить измерения на научном оборудовании по разработанным методикам; Проводить синтез веществ и материалов с использованием готовых методик. Применять расчетные методы для решения химических задач.

Владеть: Навыками использования базовых физических знаний при решении химических проблем; Навыками регистрации результатов экспериментов, их обработки, анализа и адекватного представления.

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. Методы синтеза металлических сплавов.	16		16				16			
Тема 2. Методы приготовления катализаторов	16		16				16			
Тема 3. Металлографический анализ сплава.	4		4				4			
Тема 4. Электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ.	16		12				12			4
Тема 5. Термический анализ.	18		12				12			6
Тема 6. Масс-спектрометрические исследования.	16		8				8			8
Тема 7. Рентгендифракционные методы.	32		24				24			8
Тема 8. Адсорбционные методы	16		12				12			4
Тема 9. Рентгенофлуоресцентный метод катализатора	22		16				16			6

Тема 10. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия	6		4				4			2
Тема 11. Хроматография	22		16				16			6
Тема 12. Методика электрохимического эксперимента	6		4				4			2
Тема 13. Двойной электрический слой	10		8				8			2
Промежуточная аттестация <i>зачет</i>	16					4	4	12		12
Итого	216		152			4	156			60

Содержание тем:

Тема 1. Методы синтеза металлических сплавов: приготовление навески, выплавка в дуговой и индукционной печи, отжиг, закалка.

Тема 2. Методы приготовления катализаторов. Синтез катализаторов методами осаждения, нанесения и механического смешения. СВЧ-методы синтеза катализаторов.

Тема 3. Металлографический анализ сплава: подготовка шлифа, травление, изучение микроструктуры, измерение твердости и микротвердости.

Тема 4. Электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ: пробоподготовка, различные способы получения изображения поверхности, настройка апертурной диафрагмы и устранение астигматизма, измерение спектра рентгеновского излучения, качественный и количественный анализ состава образца.

Тема 5. Термический анализ: измерение кривых нагревания и охлаждения и построение по ним диаграммы плавкости, определение интервала температур разложения и потерь массы образца при прокаливании, определение теплотемкости образца методом ДСК.

Тема 6. Масс-спектрометрические исследования: высокотемпературный масс-спектрометрический эксперимент, расшифровка масс-спектров, расчет термодинамических свойств сплавов по результатам масс-спектрометрического исследования.

Тема 7. Рентгендифракционные методы: приготовление образца, дифракционный эксперимент, первичная обработка дифрактограммы, идентификация фаз, определение неизвестных параметров ячейки, определение мотива структуры, уточнение методом Ритвелда, определение размеров кристаллитов.

Тема 8. Адсорбционные методы измерения поверхности катализатора и концентрации каталитически-активных центров. Ртутная порометрия. Низкотемпературная адсорбция азота.

Тема 9. Спектральные методы. УФ-Вид спектроскопия. Инфракрасная спектроскопия. ИК-Фурье-спектроскопия. Рамановская спектроскопия. Мессбауэровская спектроскопия.

Тема 10. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия

Тема 11. Хроматография. Определение качественного состава смесей. Определение количественного состава смесей.

Тема 12. Методика электрохимического эксперимента. Измерения электропроводности растворов.

Тема 13. Двойной электрический слой: измерение емкости, метод кривых заряжения, метод потенциодинамических кривых.

6. Образовательные технологии:

-применение компьютерных симуляторов, обработка данных на компьютерах, использование компьютерных программ, управляющих приборами;

-использование средств дистанционного сопровождения учебного процесса;

Спецпрактикум проводится на приборах кафедры общей химии, в том числе коллективного пользования, и сопряжен с выполнением работ по научной тематике кафедры, а также по заказам кафедр и лабораторий факультета. Самостоятельная работа включает в себя изучение экспериментальных методик и составление отчетов по результатам лабораторных работ. Прохождению спецпрактикума способствуют проходящий параллельно спецкурсы "Методы физико-химического анализа" и «Коррозия металлов и сплавов», программа которых согласована с программой данного спецпрактикума.

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

Студентам предоставляется план практических работ, описание каждого лабораторного занятия и инструкции по пользованию экспериментальных установок и научных приборов. 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. Д. Брандон, У. Каплан Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. – М.: Техносфера, 2004. 384 с.
2. Емелина А.Л. Дифференциальная сканирующая калориметрия. – М.: МГУ, 2009. – 42 с.
3. 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.

<http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/kalmykov-dmitrijeva-sem2017.pdf>

4. Тафеенко В. А. Использование программ FULLPROF и WinPLOTR для обработки данных порошковой дифракции.

www.chem.msu.su/rus/teaching/FullProf_WinPLOTTR.pdf

5. А.Л. Кустов, П.В. Прибытков, М.А. Тедеева, А.А. Медведев, С.Ф. Дунаев. Методические разработки к спецкурсу по изучению каталитических процессов методом газовой хроматографии. М.: Отдел оперативной печати и информации Химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова, 2019.
6. Дамаскин Б.Б., Петрий О.А., Цирлина Г.А. Электрохимия. Химия, КолосС Москва. 2006. –670 с.
7. Семенова И.В., Флорианович Г.М., Хорошилов А.В. Коррозия и защита от коррозии. –М. Физматлит. 2002. –335 с.

Дополнительная литература

1. Богомолова 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. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: МИСИС. 1994. –328 с.
4. Криштал М.М., Ясников И.С., Полуин В.И. и др. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического применения.– М.: Техносфера, 2009. – 208 с.
5. Архангельская А.А., Фарбер В.М. Дифракционные методы анализа: Учебное пособие. - Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2004. - 107 с
6. Ковба Л.М., Трунов В.К. Рентгенофазовый анализ. –М.: МГУ, 1976. –183 с.
7. Сафонов В.А. Импедансная спектроскопия для изучения и мониторинга коррозионных явлений. Электрохимия. Т. 29, № 1. 1993. с. 152-160.
8. Гаранин В.К., Кудрявцева Г.П. и др. Электронно-зондовые методы изучения материалов. Руководство к лабораторным занятиям. М.: МГУ, 1987. –140 с.
9. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Методы испытания на микротвердости. Приборы. М.: Наука, 1965. –224 с.
- Перечень используемых 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.su/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
 5. Сайт журнала Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces <http://rd.springer.com/journal/11124>

6. Сайт журнала Russian Journal of Electrochemistry <http://rd.springer.com/journal/11175>

- Описание материально-технической базы.

Практические занятия проводятся в лабораториях кафедры общей химии, оснащенных следующими приборами:

1. Аналитические весы различных марок.
 2. Установка индукционного нагрева УИНЛ-5М.
 3. Печи для дуговой плавки сплавов Arc Melter AM и МАМ-1.
 4. Печи для гомогенизирующего отжига сплавов.
 5. Прецизионная пила IsoMet 1000 BUEHLER для вырезания образцов сплавов.
 6. Автоматический гидравлический пресс для горячей запрессовки образцов SIMPLIMET 1000 BUEHLER
 7. Приборы для шлифования и полировки образцов Mecapol 2В.
 8. Шлифовально-полировальный станок ВЕТА/1 BUEHLER с полуавтоматической пневматической насадкой VECTOR.
 9. Рентгенофлуоресцентный спектрометр Spectroscan Max GF2E.
 10. Оптические микроскопы Neophot-2, Neophot-32, Versamet-2, РВ-23.
 11. Бинокулярный микроскоп Stemi 2000 С Carl Zeiss,
 12. Система цифровой фотомикроскопии ImageScopeLite
 13. Микротвердомер с цифровым ЖК-дисплеем для вывода результатов измерения твердости MICROMET 5103.
 14. Сканирующий электронный микроскоп Carl Zeiss – LEO EVO 50XVP.
 15. Энергодисперсионный анализатор EDX Oxford Instruments INCA Energy 450.
 16. Приборы для высокотемпературных дифференциально-термических испытаний ВТА-986 и ВДТА-8-М2.
 17. Прибор для ТА, ДТА, ДТГ и ДСК исследований Setaram TAG 24.
 18. Прибор синхронного ТГ-ДТА/ДСК анализа NETZSCH STA 449 F1
 19. Порошковые дифрактометры ДРОН-3М, ДРОН-4 и Stoe Stadi-P.
 20. Пресс лабораторный гидравлический ПЛГ-12
 21. Масс-спектрометры МИ-1201В и Люмас-50, переоборудованные для проведения высокотемпературных измерений (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»),
 22. Потенциостаты IPC – Pro, Пи – 50 – 1
- а также компьютерами для сбора и обработки экспериментальных данных.

9. Язык преподавания – русский

10. Преподаватели:

к.х.н., в.н.с. Нестеренко Сергей Николаевич, snnest@gmail.ru, 8(495)932-78-61
 к.х.н., с.н.с. Турсина Анна Ильинична, anna-tursina@yandex.ru, 8(495)939-43-54

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, kbkalmikov@mail.ru, 8(495)939-18-40
 к.х.н., с.н.с., Фишгойт Лариса Александровна, fishgoit@rambler.ru, 8(495)939-35-94
 к.х.н., с.н.с. Кустов Александр Леонидович, kyst@list.ru, 8(495) 939-52-61

Фонды оценочных средств, необходимые для оценки результатов обучения

Образцы оценочных средств для промежуточной аттестации - зачета. На зачете проверяется достижение промежуточных индикаторов компетенций, перечисленных в п.2.

По каждой практической работе (всего 50 работ) студент должен представить и защитить отчет. В отчете должны быть отражены: содержание выполненной работы, полученные экспериментальные данные, результаты обработки этих данных, итоговые выводы. Кроме этого, студент должен ответить на дополнительные вопросы преподавателя, цель которых - установить степень понимания студентом существа выполненной им работы и осмысленности применения экспериментальных и расчетных методик. После того, как студент защищает все выполненные работы, он получает оценку "зачет" за спецпрактикум в целом.

Примеры дополнительных вопросов при защите практических работ:

1. Как выбирается время для проведения гомогенизирующего отжига?
2. Какие существуют способы подготовки образцов для микроструктурного анализа?
3. Опишите способы выявления микроструктуры (химическое травление, электрохимическое травление, тепловое травление, катодное травление в вакууме). В чем преимущества и недостатки каждого метода?
4. Как с помощью микроструктурного анализа определить:
 - химическую неоднородность, вызванную процессом кристаллизации из жидкости;
 - определить фазы, выделившиеся при первичной кристаллизации;
 - тип межфазного взаимодействия (эвтектика, перитектика, монотектика)
 - количество фаз в сплаве?
5. Как готовится поверхность шлифа для исследования микротвердости?
6. Какой индентор используется при измерении микротвердости, как выбирается нагрузка на индентор и время выдержки под нагрузкой?
7. С чем могут быть связаны искажения формы отпечатка от индентора?
8. Какие параметры отпечатка измеряются для определения микротвердости.
9. Какие приборные факторы и каким образом влияют на характер кривой нагревания?
10. Какие параметры прибора и образца влияют на площадь пиков дифференциальной кривой?

11. Для чего проводится калибровка приборов термического анализа?
12. Всегда ли требуется калибровка по нескольким металлам? В каком случае достаточно одного металла?
13. Какие задачи материаловедения можно решать методом рентгено-спектрального микроанализа?
14. Как формируется электронный зонд?
15. Какие виды излучения образуются при взаимодействии электронного зонда с образцом?
16. Что такое зона генерации и каков ее объем?
17. Каким образом осуществлялась монохроматизация рентгеновского излучения при получении дифрактограммы?
18. Все ли дифракционные линии были проиндицированы? Если нет, то каким фазам могут быть приписаны непроиндицированные линии?
19. Какие функции фона и профиля были использованы при обработке дифрактограммы? Чем можно объяснить их выбор?
20. Опишите методику электрохимического эксперимента.
21. Охарактеризуйте алгоритм математической обработки полученных результатов.
22. Приведите зависимость емкости двойного электрического слоя от потенциала и концентрации электролита.
23. Перечислите термодинамические аспекты адсорбции водорода и кислорода на поверхности электродов из платиновых металлов.
24. Дайте определения полного и свободного заряда электрода.
25. Дайте определение потенциала нулевого полного и свободного заряда.
26. Охарактеризуйте понятие лимитирующей стадии коррозионного процесса.
27. Охарактеризуйте роль явлений диффузии и миграции в кинетике электрохимического процесса.
28. Приведите кинетические закономерности стадии переноса заряда.
29. Дайте определение и приведите примеры сопряженных электрохимических реакций.
30. Приведите примеры пассивации металлов и охарактеризуйте механизмы пассивации.

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	Фрагментарные знания	Общие, но не структурированные	Сформированные систематиче-

	знаний		знания	ские 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>Уметь: проводить математическую обработку физико-химических данных, обобщать полученные результаты;</p> <p>Уметь: оценить корректность полученных данных и возможные источники ошибок</p> <p>Уметь: применять методы исследования состава, структуры и свойств для характеристики материалов;</p> <p>Уметь: модернизировать существующие и разрабатывать новые методики измерений состава и свойств конструкционных и функциональных материалов;</p> <p>Уметь: на основе информации о строении диаграмм состояния систем выбирать пределы легирования и режимы термической обработки при получении композиционных материалов;</p> <p>Уметь: на основе теоретических знаний о современных высокоэффективных каталитических материалах определять условия синтеза катализаторов с заранее заданными свойствами</p>	устный опрос на зачете и при сдаче задач
<p>Владеть: навыками работы на современной научной аппаратуре при проведении научных исследований в выбранной области химии;</p> <p>Владеть: методиками сбора и обработки данных, получаемых различными методами исследования свойств материалов;</p> <p>Владеть: методиками подготовки образцов для различных методов исследования материалов и химических систем;</p> <p>Владеть: методами химического модифицирования твердотельных материалов с целью оптимизации их функциональных свойств.</p>	устный опрос на зачете и при сдаче задач