Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего образования

«Новосибирский государственный технический университет»

Кафедра химии и химической технологии

Комплект типовых заданий для текущей аттестации

(защита практических работ)

по дисциплине «Теоретические и экспериментальные методы в химии и химической технологии»,

1 семестр

1. Методика оценки

В общей оценке по дисциплине баллы за практические занятия учитываются в соответствии с правилами балльно-рейтинговой системы, приведенными в рабочей программе дисциплины.

Каждое практические занятие оценивается от 2,5 до 5 баллов. Студент отвечает на вопросы в письменном виде. На каждое практическое занятие студент отвечает на 10 теоретических вопросов для самоконтроля из предложенного списка, а также на 10 тестовых вопросов.

Ответ засчитывается на **пороговом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет 2,5 балла;

Ответ засчитывается на **базовом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет 3–4 балла;

Ответ засчитывается на **продвинутом** уровне, если выполнены все задания, оценка составляет 5 балла.

Практическое занятие № 1 «Выбор темы и объекта научного исследования, исходя из интересов и потребности современной техники. Поиск информации о составе, структуре, свойствах и применении веществ и материалов в стандартных базах данных»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Как при выборе темы научного исследования доказать, что она обусловлена реальными потребностями современной техники, а не только академическим интересом?

2. Какие экономические, экологические и социальные ограничения должны учитываться при выборе объекта исследования?

3. Какие стандартные базы данных позволяют получить наиболее полную информацию о составе, структуре и свойствах материалов? В чём их ограничения?

4. Опишите алгоритм поиска в базе данных информации о влиянии химического состава на структуру и эксплуатационные свойства материала.

5. Как поступить при обнаружении противоречивых значений свойств материала в разных источниках базы данных?

6. Как владение профессиональной терминологией и иностранным языком влияет на эффективность поиска в международных базах данных? Приведите примеры корректных запросов.

7. Какие инструменты цифровой коммуникации используются для уточнения или получения доступа к неполным данным в базах, и каковы правила такой коммуникации?

8. Как составить письменный аналитический обзор для руководителя по результатам поиска в базах данных, соблюдая нормы делового стиля?
9. Как построить устное выступление при защите выбора темы и объекта исследования, чтобы оно было убедительным и соответствовало нормам деловой речи?
10. Как корректно интерпретировать данные зарубежных баз, приведённые в единицах и стандартах, отличных от российских, и донести их до коллег без ошибок?

ТЕСТ *для самоконтроля* (ОПК-2/УК-4)

Вопрос 1. Какой критерий в первую очередь подтверждает, что тема научного исследования обусловлена потребностями современной техники, а не только академическим интересом? (ОПК-2)
а) Наличие большого числа публикаций по теме за последние 5 лет.
б) Количественно выраженный разрыв между требуемыми и фактическими характеристиками материала в конкретном техническом приложении.
в) Личный интерес исследователя к научной проблеме.
г) Возможность использования стандартного лабораторного оборудования.
Правильный ответ: б).
Пояснение: актуальность через потребности техники подтверждается наличием дефицита характеристик (например, «требуемый предел прочности 1200 МПа, существующий сплав – 800 МПа»), а не числом публикаций или личным интересом.

Вопрос 2. Какое ограничение при выборе объекта исследования относится к экологическим? (ОПК-2)
а) Высокая стоимость легирующих элементов.
б) Токсичность компонентов материала и требования к его утилизации.
в) Невозможность литья в условиях конкретного предприятия.
г) Отсутствие аттестованного испытательного оборудования.
Правильный ответ: б).
Пояснение: экологические ограничения связаны с токсичностью, воздействием на окружающую среду и утилизацией. Стоимость – экономическое ограничение, литьё – технологическое, оборудование – ресурсное.

Вопрос 3. Какая база данных является наиболее авторитетным источником кристаллической структуры и термических свойств материалов на основе справочника Landolt-Börnstein? (ОПК-2)
а) Materials Project.
б) NIST Materials Data Repository.
в) SpringerMaterials.
г) UL Prospector.
Правильный ответ: в).
Пояснение: SpringerMaterials построена на основе справочника Landolt-Börnstein и содержит данные о кристаллической структуре, термических, механических и электрических свойствах. Materials Project – расчётные DFT-данные, NIST – термодинамика, UL Prospector – полимеры и материалы производителей.

Вопрос 4. В чём заключается основное ограничение стандартных баз данных при поиске информации о новых, малоизученных материалах (например, высокоэнтропийных сплавах)? (ОПК-2)
а) Базы доступны только на платной основе.

б) Данные часто фрагментарны, отсутствуют или получены расчётно без экспериментального подтверждения.
в) Базы не поддерживают поиск по химическому составу.
г) Базы содержат только данные о полимерах.

Правильный ответ: б).

Пояснение: для новых материалов записи в базах часто неполны или основаны на расчётах, что требует верификации по первичным публикациям. Платный доступ и отсутствие поиска по составу – неверные утверждения.

Вопрос 5. При обнаружении противоречивых значений температуры плавления вещества в двух источниках базы данных какое действие является корректным в первую очередь? (ОПК-2)
а) Выбрать значение, которое удобнее для дальнейших расчётов.
б) Усреднить оба значения.
в) Проверить условия измерения (чистоту образца, атмосферу, метод) и обратиться к первичной публикации.
г) Игнорировать оба значения и использовать расчётную оценку.

Правильный ответ: в).

Пояснение: верификация требует проверки условий измерения и обращения к первоисточнику; усреднение или выбор «удобного» значения недопустимы, противоречие должно быть зафиксировано с указанием причин.

Вопрос 6. Какой поисковый запрос в международной базе данных является наиболее корректным для поиска данных о длительной прочности никелевого жаропрочного сплава при 700 °C? (УК-4)
а) strong heat resistant alloy
б) nickel-based superalloy creep rupture life 700 °C
в) metal high temperature
г) Ni alloy good properties

Правильный ответ: б).

Пояснение: корректный запрос включает класс материала + конкретное свойство + условие: nickel-based superalloy (класс), creep rupture life (свойство), 700 °C (условие). Остальные запросы содержат бытовые или неоднозначные термины и дают лишние результаты.

Вопрос 7. Какой инструмент цифровой коммуникации целесообразно использовать для уточнения методики расчёта в базе Materials Project? (УК-4)
а) Личный блог исследователя.
б) Форум разработчиков и сообщество пользователей Materials Project.
в) Телефонный звонок в редакцию научного журнала.
г) Запрос в Росстандарт.

Правильный ответ: б).

Пояснение: для уточнения методики расчёта или ограничений применимости данных используется форум разработчиков и сообщество пользователей базы. Остальные каналы не относятся к компетенции держателя базы.

Вопрос 8. Какая структура письменного аналитического обзора для руководителя по результатам поиска в базах данных соответствует нормам делового стиля? (УК-4)
а) Свободное эссе с личными впечатлениями о работе с базами.

б) Объект и цель поиска → источники и критерии отбора → основные результаты со значениями и ссылками → выявленные пробелы → предложение.
в) Только список найденных значений без указания источников.
г) Перечень ссылок на базы данных без анализа.

Правильный ответ: б).

Пояснение: деловой стиль предполагает логичную структуру: цель, источники, результаты с конкретными значениями и ссылками, пробелы и обоснованное предложение. Эссе, списки без источников и перечни ссылок без анализа не соответствуют требованиям.

Вопрос 9. При подготовке к устному докладу на научном семинаре вы ссылаетесь на данные, найденные в базе SpringerMaterials. Какая формулировка ссылки на источник в устной речи соответствует нормам деловой коммуникации и обеспечивает корректность передачи информации коллегам? (УК-4)

Правильный ответ: норма деловой устной коммуникации – назвать конкретный источник (SpringerMaterials), привести точное значение с условиями измерения (например, 450 МПа при 700 °C за 1000 ч) и указать на подтверждение первичной публикацией. «По данным базы SpringerMaterials, предел длительной прочности сплава X составляет 450 МПа при 700 °C за 1000 ч; запись подтверждена ссылкой на оригинальное исследование».

Вопрос 10. При работе с зарубежной базой данных вы обнаружили предел текучести 120 ksi. Какое действие соответствует требованиям межкультурной и деловой коммуникации при передаче данных российским коллегам? (УК-4)

Правильный ответ: следует указать оба значения (120 ksi ≈ 827 Мпа, где 1 ksi ≈ 6,895 МПа) и отметить, что стандарт ASTM E8 методически отличается от ГОСТ 1497.

Практическое занятие № 2 «Составление отчетов о проведенном поиске патентной, нормативной и научно-технической информации»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Каким нормативным документом регламентируется построение, изложение и оформление отчёта о патентных исследованиях, и какие особенности устанавливаются для его структуры?
2. Что входит в состав «общих данных об объекте исследований» в отчёте о патентных исследованиях?
3. Какие разделы в общем случае включает аналитическая часть отчёта о патентных исследованиях?
4. Какие элементы должен содержать каждый раздел аналитической части отчёта о патентных исследованиях?
5. Какие сведения приводятся в заключении отчёта о патентных исследованиях?
6. Какие таблицы включает форма отчёта о поиске (приложение В к ГОСТ Р 15.011) для систематизации патентной и научно-технической документации?
7. Какие реквизиты и структурные элементы придают отчёту о поиске информации официальный статус документа и обеспечивают его однозначную идентификацию в деловом обороте?
8. Как в отчёте о поиске следует документировать источники научно-технической и нормативной информации, чтобы обеспечить их проверяемость?
9. Каким образом в аналитической части отчёта обеспечивается обоснованность выводов и решений на основе отобранной информации?
10. Как в отчёте отражается оценка полноты выполнения поиска и достоверности полученных результатов?

ТЕСТ *для самоконтроля* (ОПК-2/УК-4)

Вопрос 1. Какой стандарт устанавливает содержание и порядок проведения патентных исследований, включая форму отчета о поиске? (ОПК-2)
а) ГОСТ 7.32
б) ГОСТ Р 15.011
в) ГОСТ Р ИСО 9001
г) ГОСТ 2.105
Правильный ответ: б).
Пояснение: ГОСТ Р 15.011 регламентирует патентные исследования и содержит рекомендуемые формы отчета, включая таблицы для систематизации патентной и научно-технической документации.

Вопрос 2. Какая таблица в форме отчета о поиске предназначена для систематизации патентной документации? (ОПК-2)
а) Таблица В.6.2
б) Таблица В.6.3
в) Таблица В.6.1
г) Таблица Г.1.1
Правильный ответ: в).
Пояснение: таблица В.6.1 содержит сведения о патентной документации: номер охранного документа с кодом страны, название объекта интеллектуальной собственности, заявитель, классификационные рубрики, дата публикации.

Вопрос 3. Какие сведения указываются в таблице В.6.2 отчета о поиске для источника научно-технической информации? (ОПК-2)
а) Только название источника и год издания
б) Наименование источника с указанием страницы, автор/организация, год и место издания
в) Номер патента и дата приоритета
г) Только классификационный индекс
Правильный ответ: б).
Пояснение: для проверяемости источника в таблице В.6.2 фиксируются наименование источника с указанием страницы, автор (держатель документации), год, место и орган издания.

Вопрос 4. Какой стиль изложения обязателен для отчета о поиске информации в соответствии с требованиями деловой коммуникации? (УК-4)
а) Разговорный, с элементами личной оценки
б) Публицистический, с эмоциональными выражениями
в) Официально-деловой, с точностью и ясностью формулировок
г) Художественный, с образными выражениями
Правильный ответ: в).
Пояснение: официально-деловой стиль требует точности, не допускающей иных толкований, лаконичности, нейтрального тона и использования устойчивых языковых формул.

Вопрос 5. Какое из перечисленных требований НЕ относится к официально-деловому стилю отчета? (УК-4)
а) Точность и ясность изложения
б) Использование экспрессивной оценочной лексики
в) Лаконичность формулировок
г) Нейтральный тон изложения

Правильный ответ: б).

Пояснение: официально-деловой стиль не приемлет экспрессивных элементов: оценочной лексики, высоких или сниженных слов, образных выражений. Остальные требования (точность, лаконичность, нейтральность) являются обязательными.

Вопрос 6. Что должно содержать заключение отчета о патентных исследованиях? (ОПК-2)

а) Только список использованных источников

б) Обобщенные выводы по результатам проведенных исследований

в) Только таблицы с найденными патентами

г) Личные впечатления исполнителя о работе

Правильный ответ: б).

Пояснение: в заключении приводят обобщенные выводы по результатам патентных исследований, а также могут быть приведены предложения по использованию результатов и проведению дальнейших исследований.

Вопрос 7. В каком разделе отчёта о патентных исследованиях приводится оценка соответствия выполненной работы заданию, достоверности результатов и степени решения поставленных задач? (ОПК-2)

а) В общих данных об объекте исследований

б) В аналитической части

в) В списке исполнителей

г) В перечне сокращений и обозначений

Правильный ответ: б).

Пояснение: оценка соответствия завершённых исследований заданию, достоверности результатов и степени решения поставленных задач приводится в аналитической части отчёта. Общие данные содержат только описание объекта и классификационные индексы.

Вопрос 8. Какое из перечисленных нарушений требований к оформлению отчёта о поиске является наиболее существенным с точки зрения деловой коммуникации (УК-4)? (УК-4)

а) Использование шрифта другого размера в приложении

б) Отсутствие ссылки на источник при приведении конкретного числового значения свойства материала

в) Наличие таблиц с данными в аналитической части

г) Указание года издания источника в таблице В.6.2

Правильный ответ: б).

Пояснение: приведение конкретного значения без ссылки на источник делает информацию непроверяемой и нарушает требование точности и обоснованности деловой документации. Остальные пункты либо не являются нарушениями (наличие таблиц, указание года), либо носят второстепенный характер (размер шрифта в приложении).

Вопрос 9. Какой элемент отчета о поиске обеспечивает однозначную идентификацию документа в деловом обороте? (УК-4)

а) Наличие таблиц с данными

б) Титульный лист с наименованием организации, датой, регистрационным номером и грифом утверждения

в) Количество страниц

г) Список сокращений

Правильный ответ: б).

Пояснение: официальный статус документу придают обязательные реквизиты: наименование организации, дата и регистрационный номер, гриф утверждения, сведения об исполнителях. Без них документ не имеет организационной силы.

Вопрос 10. Что должно быть указано в аналитической части отчета для обоснования выводов по результатам поиска? (ОПК-2)
а) Только перечень найденных документов
б) Анализ и обобщение информации с иллюстрацией таблицами, расчетами, диаграммами и обоснованием оптимальных путей достижения результата
в) Личное мнение исполнителя без ссылок на источники
г) Только список сокращений

Правильный ответ: б).

Пояснение: аналитическая часть должна содержать не просто перечень документов, а систематизацию, анализ и обобщение информации с обоснованием оптимальных путей достижения конечного результата. Это обеспечивает проверяемость и обоснованность выводов.

Практическое занятие № 3 «Основные понятия теории планирования эксперимента: эксперимент, план эксперимента, отклик, фактор, уровень, спектр плана, полнофакторный план»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Дайте определение понятия «эксперимент» в теории планирования эксперимента. Чем научный эксперимент отличается от пассивного наблюдения?
2. Что такое «план эксперимента» и какие основные задачи он решает?
3. Что понимается под «откликом» в планировании эксперимента? Приведите пример отклика для механических испытаний материала.
4. Дайте определение «фактора» и «уровня фактора». Какие требования предъявляются к факторам в эксперименте?
5. Что такое «спектр плана» и как он связан с числом факторов и уровней?
6. Что такое «полнофакторный план» (ПФЭ)? Каковы его основные свойства и число опытов?
7. Как строится матрица планирования для ПФЭ типа 2^2? Приведите пример с двумя факторами.
8. Почему в реальном эксперименте часто переходят от полнофакторного плана к дробному? Какие понятия при этом возникают?
9. Как в отчёте об эксперименте следует описывать план и результаты, чтобы они были воспроизводимы и проверяемы? Какие нормы деловой коммуникации при этом соблюдаются?
10. Как следует устно доложить коллегам о выбранном плане эксперимента и полученных результатах, чтобы сообщение было корректным и убедительным?

ТЕСТ ***для самоконтроля*** **(ОПК-2/УК-4)**

Вопрос 1. Что такое «эксперимент» в теории планирования эксперимента? (ОПК-2)
а) Пассивная регистрация происходящих явлений без вмешательства исследователя
б) Активное целенаправленное воздействие на объект с варьированием факторов и регистрацией отклика в контролируемых условиях
в) Теоретический расчёт свойств объекта без проведения опытов
г) Любое измерение, выполненное в лаборатории

Правильный ответ: б).

Пояснение: эксперимент предполагает активное вмешательство исследователя и контролируемое варьирование факторов, что отличает его от пассивного наблюдения и позволяет установить причинно-следственные связи.

Вопрос 2. Что понимается под «планом эксперимента»? (ОПК-2)
а) Только перечень оборудования, необходимого для опытов
б) Совокупность правил, последовательности и условий проведения опытов, обеспечивающая получение достоверной информации при минимальных затратах
в) Список литературы по теме исследования
г) Форма отчёта о выполненных измерениях

Правильный ответ: б).

Пояснение: план эксперимента задаёт правила и последовательность опытов, а также условия их выполнения; он решает задачи минимизации числа опытов, обеспечения статистической достоверности и возможности построения математической модели.

Вопрос 3. Что такое «отклик» в планировании эксперимента? (ОПК-2)
а) Независимая переменная, которую изменяет исследователь
б) Количественная характеристика объекта, зависящая от факторов и регистрируемая в результате опыта
в) Условие проведения опыта, поддерживаемое постоянным
г) Число повторов эксперимента

Правильный ответ: б).

Пояснение: отклик (функция отклика) – это выходной параметр, измеримая характеристика объекта (например, предел прочности, твёрдость, износ), зависящая от факторов.

Вопрос 4. Что такое «уровень фактора»? (ОПК-2)
а) Диапазон изменения отклика
б) Конкретное значение (или состояние) фактора, принимаемое в данном опыте
в) Число факторов в эксперименте
г) Число опытов в плане

Правильный ответ: б).

Пояснение: уровень фактора – это конкретное значение фактора в опыте (например, температура 600 °C, 700 °C, 800 °C – три уровня). Фактор – независимая переменная, а уровни – её конкретные значения.

Вопрос 5. Какое требование НЕ предъявляется к факторам в эксперименте? (ОПК-2)
а) Управляемость – возможность задать и поддерживать нужное значение
б) Однозначность – наличие единицы измерения и отсутствие зависимости от других факторов
в) Обязательное наличие не менее пяти уровней у каждого фактора
г) Совместимость – осуществимость всех комбинаций уровней

Правильный ответ: в).

Пояснение: требование о «не менее пяти уровнях» не является обязательным: в ПФЭ часто используют два уровня. Обязательны управляемость, однозначность и совместимость.

Вопрос 6. Что такое «спектр плана»? (ОПК-2)
а) Множество всех различных комбинаций уровней факторов, встречающихся в плане эксперимента
б) Перечень факторов, включённых в эксперимент
в) Диапазон изменения отклика

г) Число повторностей каждого опыта

Правильный ответ: а).

Пояснение: спектр плана – множество точек факторного пространства (комбинаций уровней факторов), в которых проводятся опыты. Для k факторов на n уровнях он содержит n^k комбинаций.

Вопрос 7. Каково число опытов в полнофакторном плане (ПФЭ) при k факторах на двух уровнях? (ОПК-2)

а) $2k$

б) k^2

в) 2^k

г) $k + 2$

Правильный ответ: в).

Пояснение: для двухуровневого ПФЭ (типа 2^k) реализуются все комбинации уровней, поэтому число опытов $N=2^k$. Например, при $k = 3$ число опытов 8, при $k = 5$ число опытов 32.

Вопрос 8. Какое свойство НЕ относится к основным свойствам полнофакторного плана? (ОПК-2)

а) Ортогональность – независимая оценка эффектов факторов

б) Симметричность – равенство дисперсий оценок

в) Возможность оценки эффектов взаимодействия факторов

г) Независимость числа опытов от числа факторов

Правильный ответ: г).

Пояснение: число опытов в ПФЭ экспоненциально зависит от числа факторов ($N = 2^k$), что является его недостатком. Ортогональность, симметричность и возможность оценки взаимодействий – действительно свойства ПФЭ.

Вопрос 9. При составлении письменного отчёта об эксперименте исследователь указал факторы и отклик, но не привёл матрицу планирования и уровни факторов. Какое требование деловой коммуникации нарушено и чем это грозит? (УК-4)

Правильный ответ: Нарушено требование точности и полноты, обеспечивающее воспроизводимость эксперимента другими исследователями.

Пояснение: без матрицы планирования и уровней факторов невозможно воспроизвести эксперимент и проверить обоснованность выводов.

Вопрос 10. На научном семинаре коллега спрашивает, почему вы выбрали ПФЭ 2^2, а не дробный план. Какой ответ соответствует нормам устной деловой коммуникации? (УК-4)

Правильный ответ: при двух факторах на двух уровнях ПФЭ требует всего 4 опытов, что приемлемо по трудоёмкости и позволяет оценить эффект взаимодействия факторов; дробный план здесь не даёт выигрыша.

Пояснение: корректный ответ содержит обоснование: число факторов и уровней, число опытов, возможность оценки взаимодействия и отсутствие выигрыша от дробного плана.

Практическое занятие № 4 «Критерии оптимальности в статистической обработке экспериментальных данных»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Что понимается под «критерием оптимальности» в статистической обработке экспериментальных данных и какова его основная роль?
2. В чём суть метода наименьших квадратов (МНК) и почему он относится к критериям оптимальности?
3. Что такое метод максимального правдоподобия (ММП) и в каком смысле он является оптимальным?
4. Какие критерии используются для проверки адекватности регрессионной модели? Назовите основные и поясните их смысл.
5. В чём различие между критериями оптимальности плана эксперимента (A-, D-, E-, G-оптимальность) и критериями качества статистических оценок?
6. Что такое «несмещённость» и «эффективность» оценки и почему эти свойства важны при выборе критерия оптимальности?
7. Как формулируется критерий согласия χ^2 (Пирсона) и для чего он применяется при обработке экспериментальных данных?
8. Почему при сравнении нескольких моделей недостаточно использовать только коэффициент детерминации R^2? Какие критерии применяются дополнительно?
9. При представлении результатов статистической обработки в отчёте необходимо указать выбранный критерий, уровень значимости и полученное значение статистики. Какие нормы деловой коммуникации при этом соблюдаются?
10. Как следует устно доложить коллегам о результатах проверки адекватности модели, чтобы сообщение было корректным и убедительным?

ТЕСТ ***для самоконтроля*** **(ОПК-2/УК-4)**

Вопрос 1. Что понимается под «критерием оптимальности» в статистической обработке экспериментальных данных? (ОПК-2)

а) Любое правило оформления таблиц с результатами измерений
б) Формализованное правило (функционал или статистика), по значению которого принимается решение о качестве оценки, модели или плана эксперимента
в) Перечень приборов, используемых при измерении отклика
г) Способ округления числовых значений при записи результатов

Правильный ответ: б).

Пояснение: критерий оптимальности задаёт объективное и воспроизводимое правило выбора наилучшего решения (минимизация дисперсии, суммы квадратов остатков, максимизация правдоподобия и т.п.), а не оформление или округление.

Вопрос 2. В чём состоит суть метода наименьших квадратов (МНК) как критерия оптимальности? (ОПК-2)

а) В максимизации суммы квадратов отклонений экспериментальных значений от предсказанных
б) В минимизации суммы квадратов отклонений экспериментальных значений отклика от значений, предсказанных моделью
в) В минимизации числа опытов без учёта отклонений
г) В выборе параметров, при которых отклик максимален

Правильный ответ: б).

Пояснение: МНК требует минимизации суммы квадратов отклонений следующим образом $S = \sum(y_i - \hat{y}_i)^2 \rightarrow \min$; оптимальны те параметры модели, которые

минимизируют S. При стандартных предположениях МНК-оценки несмещённы и эффективны (теорема Гаусса–Маркова).

Вопрос 3. В каком смысле метод максимального правдоподобия (ММП) является оптимальным? (ОПК-2)

а) Он минимизирует число параметров модели

б) Он даёт наиболее вероятные при данных наблюдениях значения параметров, максимизируя функцию правдоподобия

в) Он гарантирует отсутствие ошибок измерения

г) Он всегда совпадает с методом наименьших квадратов независимо от распределения ошибок

Правильный ответ: б).

Пояснение: ММП выбирает параметры, максимизирующие функцию правдоподобия $L(\theta)$, то есть наиболее вероятные при наблюдаемых данных. При нормальном распределении ошибок ММП совпадает с МНК, но не «всегда независимо от распределения».

Вопрос 4. Какой критерий используется для проверки адекватности регрессионной модели в целом путём сравнения объяснённой и остаточной дисперсий? (ОПК-2)

а) Критерий Стьюдента (t-критерий)

б) Критерий Фишера (F-критерий)

в) Критерий согласия χ^2 Пирсона

г) Критерий Дарбина–Уотсона

Правильный ответ: б).

Пояснение: F-критерий Фишера сравнивает дисперсию, объяснённую моделью, с остаточной; при значимом превышении над табличным значением модель признаётся адекватной. t-критерий проверяет значимость отдельных коэффициентов, χ^2 – согласие распределения, Дарбина–Уотсона – автокорреляцию остатков.

Вопрос 5. Что характеризует D-оптимальность плана эксперимента? (ОПК-2)

а) Минимизацию следа ковариационной матрицы оценок

б) Максимизацию определителя информационной матрицы (минимизацию объёма доверительного эллипсоида)

в) Минимизацию максимальной дисперсии предсказания в области плана

г) Максимизацию минимального собственного значения информационной матрицы

Правильный ответ: б).

Пояснение: D-оптимальность максимизирует определитель информационной матрицы, что эквивалентно минимизации объёма доверительного эллипсоида оценок. Минимизация следа – A-оптимальность, минимизация максимальной дисперсии предсказания – G-оптимальность, максимизация минимального собственного значения – E-оптимальность.

Вопрос 6. Какое свойство оценки означает, что её математическое ожидание равно истинному значению параметра? (ОПК-2)

а) Эффективность

б) Состоятельность

в) Несмещённость

г) Робастность

Правильный ответ: в).

Пояснение: несмещённость – это $M(\hat{\theta}) = \theta$, то есть отсутствие систематического отклонения. Эффективность – минимальная дисперсия среди несмещённых оценок,

состоятельность – сходимость к истинному значению с ростом выборки, робастность – устойчивость к нарушению предпосылок.

Вопрос 7. Для чего применяется критерий согласия χ^2 Пирсона при обработке экспериментальных данных? (ОПК-2)
а) Для сравнения дисперсий двух выборок
б) Для проверки согласия эмпирического распределения наблюдаемых данных с теоретическим законом
в) Для оценки значимости отдельных коэффициентов регрессии
г) Для минимизации суммы квадратов остатков
Правильный ответ: б).
Пояснение: статистика $\chi^2 = \sum(O_i - E_i)^2/E_i$ проверяет согласие наблюдаемых частот с ожидаемыми по теоретическому закону; применяется, в частности, для проверки нормальности распределения ошибок и однородности выборок.

Вопрос 8. Почему при сравнении нескольких регрессионных моделей недостаточно использовать только коэффициент детерминации R^2? (ОПК-2)
а) Потому что R^2 не может быть вычислен для линейных моделей
б) Потому что R^2 не штрафует за избыточную сложность модели и не убывает при добавлении незначимых факторов
в) Потому что R^2 всегда равен нулю при наличии остатков
г) Потому что R^2 применим только к нелинейным моделям
Правильный ответ: б).
Пояснение: R^2 не убывает при добавлении любого фактора, даже незначимого, поэтому модель с избыточными параметрами может иметь высокий R^2, но быть переобученной.

Вопрос 9. При представлении результатов проверки адекватности модели в отчёте необходимо указать критерий, уровень значимости и значение статистики. Какое требование деловой коммуникации при этом соблюдается в первую очередь? (УК-4)
Примерный ответ: чтобы вывод был проверяем: указываются конкретный критерий, α, вычисленное значение статистики с числом степеней свободы и критическое значение (или p-value).

Вопрос 10. Как следует устно доложить коллегам о результате проверки адекватности модели по F-критерию? (УК-4)
Примерный ответ: корректное устное сообщение называет критерий, уровень значимости, числа степеней свободы, вычисленное и критическое значения и формулирует вывод. Например: «Проверка по F-критерию Фишера при $\alpha = 0{,}05$ и числах степеней свободы 2 и 12 дала $F = 12{,}4$ при критическом значении 4,1; модель признана адекватной».

Практическое занятие № 5 «Интерпретация данных термического анализа чистых веществ, смесей и материалов на их основе»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Какие основные методы термического анализа используются для исследования чистых веществ и материалов, и какую информацию даёт каждый из них?
2. Как по кривой ДСК отличить фазовый переход первого рода от перехода второго рода?

3. Как влияет скорость нагрева на положение и форму пиков на кривых ДСК, и почему это важно учитывать при интерпретации?
4. Что означает наличие нескольких пиков на кривой ДСК для смеси или композиционного материала?
5. Как интерпретировать кривую ТГ для чистого вещества и для смеси? В чём принципиальное различие?
6. Почему данные ДСК без дополнительных методов (ТГ, РФА, ИК-спектроскопии) могут быть неоднозначными? Приведите пример.
7. Что такое температура стеклования (T_g) и как она определяется по кривой ДСК? В чём отличие T_g от температуры плавления?
8. Как оценить степень кристалличности полимера по данным ДСК?
9. При представлении результатов термического анализа в отчёте необходимо указать условия эксперимента (скорость нагрева, атмосферу, массу образца). Какие нормы деловой коммуникации при этом соблюдаются?
10. Как следует устно доложить коллегам об интерпретации данных ДСК/ТГ для смеси, чтобы сообщение было убедительным и корректным?

ТЕСТ *для самоконтроля* (ОПК-2/УК-4)

Вопрос 1. Какой метод термического анализа позволяет регистрировать тепловые потоки и определять температуры и энтальпии фазовых переходов? (ОПК-2)
а) Термогравиметрия (ТГ)
б) Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)
в) Рентгенофазовый анализ (РФА)
г) Инфракрасная спектроскопия (ИК)

Правильный ответ: б).

Пояснение: ДСК регистрирует тепловые потоки и позволяет определять температуры и энтальпии фазовых переходов, температуру стеклования, теплоту плавления и кристаллизации. ТГ регистрирует изменение массы, РФА и ИК – структурные и спектральные характеристики.

Вопрос 2. Как на кривой ДСК проявляется фазовый переход первого рода (например, плавление) в отличие от перехода второго рода (например, стеклование)? (ОПК-2)
а) В виде ступенчатого изменения теплоёмкости
б) В виде пика с конечной площадью, пропорциональной энтальпии перехода
в) В виде горизонтальной прямой без изменений
г) В виде скачкообразного изменения массы

Правильный ответ: б).

Пояснение: переход первого рода проявляется как пик (эндо- или экзотермический) с площадью, пропорциональной энтальпии. Переход второго рода (стеклование) – как ступенька на базовой линии (изменение теплоёмкости).

Вопрос 3. Как влияет увеличение скорости нагрева на положение и форму пиков на кривых ДСК? (ОПК-2)
а) Пики сдвигаются в низкотемпературную область и сужаются
б) Пики сдвигаются в высокотемпературную область и расширяются
в) Положение и форма пиков не изменяются
г) Пики исчезают при высоких скоростях нагрева

Правильный ответ: б).

Пояснение: при увеличении скорости нагрева температуры пиков сдвигаются в высокотемпературную область, пики расширяются и могут сливаться. Это связано с термическим сопротивлением образца и конечной скоростью теплопередачи.

Вопрос 4. Что может означать наличие нескольких эндотермических пиков на кривой ДСК для смеси или композиционного материала? (ОПК-2)
а) Только наличие примесей в образце
б) Несколько фазовых переходов: плавление разных компонентов, полиморфизм или взаимодействие на границе раздела фаз
в) Ошибку прибора
г) Отсутствие кристаллической фазы
Правильный ответ: б).
Пояснение: несколько пиков могут указывать на несколько фазовых переходов в одном компоненте (полиморфизм), плавление разных компонентов смеси с различными температурами плавления, взаимодействие на границе раздела фаз в композите или частичную растворимость компонентов.

Вопрос 5. В чём принципиальное различие кривых ТГ для чистого вещества и для смеси (композита)? (ОПК-2)
а) Для чистого вещества кривая ТГ всегда горизонтальна
б) Для смеси характерны несколько ступеней потери массы, соответствующих разложению или испарению отдельных компонентов в разных температурных интервалах
в) Для смеси потеря массы всегда происходит в одной ступени
г) Кривые ТГ для чистого вещества и смеси не различаются
Правильный ответ: б).
Пояснение: для чистого вещества обычно наблюдается одна ступень потери массы в узком интервале (или её отсутствие до плавления). Для смеси характерны несколько ступеней, соответствующих разложению или испарению отдельных компонентов в разных температурных интервалах.

Вопрос 6. Почему интерпретация только по кривой ДСК без привлечения ТГ или РФА может быть неоднозначной? (ОПК-2)
а) Потому что ДСК не регистрирует тепловые эффекты
б) Потому что один и тот же тепловой эффект может быть вызван плавлением, полиморфным переходом, разложением, испарением или химической реакцией
в) Потому что ДСК применима только к полимерам
г) Потому что ДСК не чувствительна к фазовым переходам
Правильный ответ: б).
Пояснение: ДСК не является специфичным методом: эндотермический пик может соответствовать как плавлению, так и потере летучего компонента или разложению. Для однозначной интерпретации требуется ТГ (проверка потери массы), РФА (подтверждение структуры) или ИК-спектроскопия.

Вопрос 7. Как на кривой ДСК проявляется температура стеклования (Tg) аморфного полимера? (ОПК-2)
а) В виде эндотермического пика с конечной площадью
б) В виде ступенчатого изменения теплоёмкости (эндотермическая ступенька)
в) В виде экзотермического пика
г) В виде ступени потери массы
Правильный ответ: б).

Пояснение: T_g проявляется как ступенчатое изменение теплоёмкости на кривой ДСК, а не как пик. Пик с конечной площадью соответствует фазовому переходу первого рода (плавлению).

Вопрос 8. Как оценить степень кристалличности полимера по данным ДСК? (ОПК-2)
а) По температуре максимума пика плавления
б) По отношению измеренной энтальпии плавления образца к энтальпии плавления полностью кристаллического полимера
в) По площади ступеньки стеклования
г) По скорости нагрева

Правильный ответ: б).

Пояснение: степень кристалличности $\alpha = (\Delta H_{пл}/\Delta H_{пл}^0)\times 100\%$, где $\Delta H_{пл}$ – измеренная энтальпия плавления (площадь пика), $\Delta H_{пл}^0$ – справочное значение для полностью кристаллического полимера.

Вопрос 9. При представлении результатов термического анализа в отчёте необходимо указать условия эксперимента. Какое требование деловой коммуникации при этом соблюдается в первую очередь? (УК-4)

Примерный ответ: чтобы результаты были воспроизводимы: указываются скорость нагрева, атмосфера, масса образца, тип тигля и эталон. Без этих условий воспроизведение и проверка результатов невозможны.

Вопрос 10. Как следует устно доложить коллегам об интерпретации данных ДСК/ТГ для смеси, чтобы сообщение было корректным и убедительным? (УК-4)

Примерный ответ: корректное устное сообщение включает: объект и условия (скорость нагрева, атмосфера), наблюдаемые эффекты (температуры пиков, потери массы), интерпретацию с указанием ограничений (например, «для подтверждения требуется ИК-спектроскопия») и вывод. Расплывчатость и выводы без указания условий нарушают нормы деловой коммуникации.

Практическое занятие № 6 «Рентгенофазовый анализ для анализа чистых веществ, смесей и материалов на их основе»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Что такое рентгенофазовый анализ (РФА) и какую основную задачу он решает при исследовании материалов?
2. Какое фундаментальное уравнение лежит в основе РФА и какие величины оно связывает?
3. В чём отличие качественного РФА от количественного? Какова чувствительность метода?
4. Какие фазы не могут быть определены методом РФА и почему?
5. Как проводится идентификация фаз по дифрактограмме смеси? Какие базы данных используются?
6. Почему при РФА смесей важно знать химический состав и условия получения образца?
7. Какие характеристики материала, помимо фазового состава, позволяет оценить РФА?
8. В чём преимущество РФА как неразрушающего метода и какие требования предъявляются к подготовке порошковых образцов?
9. При представлении результатов РФА в отчёте необходимо указать условия съёмки (излучение, геометрию, базу данных). Какие нормы деловой коммуникации при этом соблюдаются?

10. Как следует устно доложить коллегам об идентификации фаз по данным РФА для смеси, чтобы сообщение было убедительным и корректным?

ТЕСТ *для самоконтроля* (ОПК-2/УК-4)

Вопрос 1. Какую основную задачу решает рентгенофазовый анализ (РФА) при исследовании материалов? (ОПК-2)
а) Определение химического состава образца с точностью до 0,01%
б) Идентификацию кристаллических фаз (качественный анализ) и определение их относительного содержания (количественный анализ)
в) Измерение механических свойств материала
г) Определение температуры плавления вещества

Правильный ответ: б).

Пояснение: РФА – неразрушающий метод анализа смесей твёрдых фаз, основанный на дифракции рентгеновских лучей; он решает задачи качественного (идентификация фаз) и количественного (доли фаз) анализа. Химический состав, механические свойства и температура плавления определяются другими методами.

Вопрос 2. Какое уравнение лежит в основе РФА и связывает угол дифракции с межплоскостным расстоянием? (ОПК-2)
а) Уравнение Нернста
б) Уравнение Вульфа–Брэгга: $n\lambda = 2d\sin\theta$
в) Уравнение Менделеева–Клапейрона
г) Закон Бугера–Ламберта

Правильный ответ: б).

Пояснение: уравнение Вульфа–Брэгга $n\lambda = 2d\sin\theta$ связывает угол дифракции θ с межплоскостным расстоянием d; по положению пиков на рентгенограмме идентифицируют фазы по их уникальным наборам d-значений.

Вопрос 3. В чём отличие качественного РФА от количественного? (ОПК-2)
а) Качественный анализ определяет только аморфные фазы, количественный – кристаллические
б) Качественный анализ идентифицирует наличие фаз, количественный – определяет их весовые (или объёмные) доли в смеси
в) Качественный анализ проводится без рентгеновского излучения
г) Количественный анализ не требует эталонных данных

Правильный ответ: б).

Пояснение: качественный РФА устанавливает наличие и идентификацию кристаллических фаз путём сопоставления с эталонными карточками; количественный – определяет доли фаз по интенсивности дифракционных рефлексов.

Вопрос 4. Какие фазы НЕ могут быть определены методом РФА? (ОПК-2)
а) Кристаллические фазы с известной структурой
б) Аморфные фазы (стекло, аморфные полимеры, некристаллические осадки)
в) Поликристаллические порошки металлов
г) Фазы с крупными кристаллитами

Правильный ответ: б).

Пояснение: аморфные материалы не имеют дальнего порядка и не дают характеристических дифракционных пиков – на дифрактограмме они проявляются в виде широкого гало. РФА определяет только кристаллические фазы.

Вопрос 5. Какая база данных является основной для идентификации фаз при РФА? (ОПК-2)

а) SpringerMaterials

б) PDF-2 (Powder Diffraction File, ICDD)

в) NIST Materials Data Repository

г) Materials Project

Правильный ответ: б).

Пояснение: PDF-2 (Powder Diffraction File, ICDD) – основная база эталонных дифрактограмм для РФА; также используются ICDD и COD (Crystallography Open Database). SpringerMaterials, NIST и Materials Project – базы иного профиля.

Вопрос 6. Почему при РФА смесей важно знать химический состав и условия получения образца? (ОПК-2)

а) Потому что без этого прибор не включится

б) Потому что поиск по базе данных может дать несколько вариантов идентификации, и знание состава и условий синтеза позволяет сузить круг поиска и выбрать наиболее вероятную фазу

в) Потому что химический состав полностью определяет дифрактограмму без необходимости её съёмки

г) Потому что РФА применим только к образцам известного состава

Правильный ответ: б).

Пояснение: для второстепенных фаз с малым содержанием (2–3 линии) программа может предложить несколько вариантов; данные о химическом составе, условиях синтеза и термообработки позволяют обоснованно выбрать наиболее вероятную фазу.

Вопрос 7. Какие характеристики материала, помимо фазового состава, позволяет оценить РФА? (ОПК-2)

а) Только температуру плавления

б) Параметры элементарной ячейки, размеры кристаллитов (областей когерентного рассеяния), внутренние напряжения, текстуру

в) Только механическую прочность

г) Только электропроводность

Правильный ответ: б).

Пояснение: РФА позволяет определять параметры элементарной ячейки и пространственную группу, средние размеры кристаллитов и их распределение, внутренние напряжения (по уширению и сдвигу линий), текстуру (преимущественную ориентацию), остаточные напряжения.

Вопрос 8. Какое требование предъявляется к подготовке порошковых образцов для РФА и почему? (ОПК-2)

Примерный ответ: Образец должен быть тщательно измельчён и гомогенизирован для обеспечения случайной ориентации кристаллитов и получения показательной дифракционной картины. Тщательное измельчение и гомогенизация обеспечивают случайную ориентацию кристаллитов; при наличии текстуры (преимущественной ориентации) интенсивности линий искажаются, что затрудняет количественный анализ. РФА – неразрушающий метод, и после съёмки образец сохраняется.

Вопрос 9. При представлении результатов РФА в отчёте необходимо указать условия съёмки и базу данных для идентификации. Какое требование деловой коммуникации при этом соблюдается в первую очередь? (УК-4)

Примерный ответ: чтобы результаты были воспроизводимы: указываются тип излучения, геометрия съёмки, диапазон углов, база данных (PDF-2, ICDD) и PDF-карточки для каждой фазы. Без этих данных проверка идентификации невозможна.

Вопрос 10. Как следует устно доложить коллегам об идентификации фаз по данным РФА для смеси, чтобы сообщение было корректным и убедительным? (УК-4)

Правильный ответ: Корректное устное сообщение включает: объект и условия (прибор, излучение), наблюдаемые рефлексы (углы 2θ), идентификацию фаз со ссылками на PDF-карточки, оговорку об ограничениях (например, для фаз с малым содержанием) и вывод. Расплывчатость и выводы без указания условий и карточек нарушают нормы деловой коммуникации.

Практическое занятие № 7 «Применение методов ИК- и КР-спектроскопии для установления составов некристаллических и аморфных веществ»

Вопросы для самоконтроля (ОПК-2/УК-4)

1. На каких физических процессах основаны методы ИК- и КР-спектроскопии и почему они применимы к некристаллическим и аморфным веществам?
2. В чём заключается правило отбора для ИК- и КР-спектроскопии? Приведите примеры колебаний, активных в одном методе, но неактивных в другом.
3. Какие характеристики полос в ИК- и КР-спектрах используются для идентификации состава аморфного вещества?
4. Почему полосы в спектрах аморфных веществ уширены по сравнению с кристаллическими? Что это даёт для анализа состава?
5. Как с помощью ИК- и КР-спектроскопии установить состав смеси некристаллических веществ? Какие трудности при этом возникают?
6. В чём преимущество совместного применения ИК- и КР-спектроскопии по сравнению с использованием только одного метода?
7. Какие особенности подготовки образцов существуют для ИК- и КР-спектроскопии аморфных веществ, и почему они важны?
8. Как с помощью ИК-спектроскопии отличить аморфное вещество от кристаллического того же состава?
9. При представлении результатов ИК- и КР-спектроскопии в отчёте необходимо указать условия регистрации спектров. Какие нормы деловой коммуникации при этом соблюдаются?
10. Как следует устно доложить коллегам об идентификации состава аморфного вещества по данным ИК- и КР-спектроскопии, чтобы сообщение было убедительным и корректным?

ТЕСТ *для самоконтроля* (ОПК-2/УК-4)

Вопрос 1. На каком физическом процессе основана ИК-спектроскопия? (ОПК-2)
а) На неупругом рассеянии монохроматического излучения
б) На поглощении инфракрасного излучения при переходах между колебательными уровнями молекул
в) На дифракции рентгеновских лучей на кристаллической решётке
г) На изменении массы образца при нагревании

Правильный ответ: б).

Пояснение: ИК-спектроскопия основана на поглощении ИК-излучения при колебательных переходах; поглощение происходит, если колебание сопровождается

изменением дипольного момента. Неупругое рассеяние – основа КР-спектроскопии, дифракция – РФА, изменение массы – термогравиметрии.

Вопрос 2. Почему методы ИК- и КР-спектроскопии применимы к аморфным и некристаллическим веществам, в отличие от РФА? (ОПК-2)
а) Потому что они не требуют источника излучения
б) Потому что они регистрируют локальные колебания химических связей и функциональных групп, для которых достаточно ближнего порядка, а не дальнего
в) Потому что они определяют только элементный состав
г) Потому что они применимы только к кристаллическим веществам

Правильный ответ: б).

Пояснение: для ИК- и КР-спектроскопии достаточно ближнего порядка – определённого окружения атомов в молекуле или фрагменте структуры. РФА требует дальнего порядка (кристаллической решётки), поэтому аморфные фазы им не определяются.

Вопрос 3. Чем определяется активность колебания в КР-спектре? (ОПК-2)
а) Изменением дипольного момента при колебании
б) Изменением поляризуемости молекулы при колебании
в) Изменением массы образца
г) Изменением температуры образца

Правильный ответ: б).

Пояснение: в КР активны колебания, сопровождающиеся изменением поляризуемости. В ИК активны колебания с изменением дипольного момента. Для центросимметричных молекул действует альтернативный запрет: колебание не может быть активно одновременно в ИК и КР.

Вопрос 4. Какое колебание активно в КР, но неактивно в ИК для неполярной молекулы? (ОПК-2)
а) Валентное колебание C=O в карбонильной группе
б) Симметричное валентное колебание C–C в неполярной молекуле (например, в этане)
в) Колебание O–H в воде
г) Валентное колебание C–Cl в хлорметане

Правильный ответ: б).

Пояснение: симметричное валентное колебание C–C в неполярной молекуле не сопровождается изменением дипольного момента (неактивно в ИК), но сопровождается изменением поляризуемости (активно в КР). Колебание C=O, O–H и C–Cl активны в ИК.

Вопрос 5. Почему полосы в спектрах аморфных веществ уширены по сравнению с кристаллическими? (ОПК-2)
а) Из-за высокой температуры образца
б) Из-за разброса локальных окружений молекул (разные длины связей, углы, конформации, водородные связи), приводящего к распределению частот колебаний
в) Из-за низкого разрешения прибора
г) Из-за наличия дальнего порядка

Правильный ответ: б).

Пояснение: в аморфных веществах локальное окружение каждой молекулы различается, что приводит к распределению частот колебаний и уширению полос. В кристаллах окружение одинаково, поэтому полосы узкие и часто расщеплены.

Вопрос 6. Какие характеристики полос ИК- и КР-спектров используются для идентификации состава аморфного вещества? (ОПК-2)

а) Только положение полосы (волновое число)
б) Положение, интенсивность, форма и полуширина полос, а также расщепление и сдвиг
в) Только цвет образца
г) Только температура плавления

Правильный ответ: б).

Пояснение: для идентификации используются положение полосы (волновое число, $см^{-1}$), интенсивность, форма и полуширина (в аморфных веществах полосы уширены), расщепление и сдвиг (указывают на водородные связи и взаимодействие компонентов). Совокупность этих признаков образует спектральный «отпечаток».

Вопрос 7. В чём преимущество совместного применения ИК- и КР-спектроскопии по сравнению с использованием только одного метода? (ОПК-2)

а) Позволяет обнаружить больше полос за счёт различия правил отбора и повысить надёжность идентификации
б) Позволяет полностью заменить РФА
в) Позволяет определить только элементный состав
г) Не даёт дополнительной информации

Правильный ответ: а).

Пояснение: различие правил отбора означает, что колебания, слабые в ИК, могут быть интенсивными в КР, и наоборот. Это позволяет обнаружить больше полос, разделить перекрывающиеся полосы и подтвердить отнесение, повышая надёжность идентификации.

Вопрос 8. Как с помощью ИК-спектроскопии отличить аморфное вещество от кристаллического того же состава? (ОПК-2)

а) По цвету образца
б) По ширине и форме полос: в кристаллическом веществе полосы узкие и часто расщеплены, в аморфном — уширены, расщепление отсутствует или сглажено
в) По наличию или отсутствию источника излучения
г) По температуре плавления

Правильный ответ: б).

Пояснение: ключевое различие – ширина и форма полос: в кристалле полосы узкие и часто расщеплены (давыдовское расщепление), в аморфном веществе – уширены, расщепление сглажено; положение максимума может сдвигаться. Для надёжного вывода сравнивают с эталоном и подтверждают данными РФА.

Вопрос 9. При представлении результатов ИК- и КР-спектроскопии в отчёте необходимо указать условия регистрации спектров. Какое требование деловой коммуникации при этом соблюдается в первую очередь? (УК-4)

Примерный ответ: Точность, полнота и проверяемость, чтобы результаты были воспроизводимы: указываются метод (ИК-Фурье, КР), тип приставки (НПВО, таблетка KBr), диапазон волновых чисел, разрешение, число накоплений, мощность лазера и длина волны возбуждения для КР. Без этих условий проверка результатов невозможна.

Вопрос 10. Как следует устно доложить коллегам об идентификации состава аморфного вещества по данным ИК- и КР-спектроскопии, чтобы сообщение было корректным и убедительным? (УК-4)

Примерный ответ: Корректное устное сообщение включает: объект и методы (ИК-Фурье, КР с указанием длины волны возбуждения), наблюдаемые полосы с волновыми числами и отнесением, идентификацию с оговоркой (например, «уширение полос указывает на аморфное состояние; для подтверждения отсутствия кристаллической фазы требуется РФА») и вывод. Расплывчатость и выводы без указания условий и отнесения полос нарушают нормы деловой коммуникации.

Практическое занятие № 8 «Методы исследования морфологии и микроструктуры веществ, смесей и материалов на их основе»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Что понимается под морфологией и микроструктурой материала, и чем эти понятия различаются?
2. Какие основные методы применяются для исследования морфологии и микроструктуры материалов, и какую информацию даёт каждый из них?
3. В чём принципиальное различие возможностей оптической и растровой электронной микроскопии при исследовании микроструктуры?
4. Как с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) оценить размер и форму частиц порошка, а также их распределение по размерам?
5. Какую информацию о микроструктуре композиционного материала даёт анализ изображений, полученных методами электронной микроскопии?
6. В каких случаях для исследования морфологии и микроструктуры необходимо применение просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), а не РЭМ?
7. Какие требования предъявляются к подготовке образцов для исследования микроструктуры методами оптической микроскопии и РЭМ, и почему они важны?
8. Как количественно оценить пористость и объёмную долю фаз материала по изображениям микроструктуры?
9. При представлении результатов исследования морфологии и микроструктуры в отчёте необходимо указать условия съёмки и метод подготовки образцов. Какие нормы деловой коммуникации при этом соблюдаются?
10. Как следует устно доложить коллегам о результатах исследования микроструктуры композита, чтобы сообщение было убедительным и корректным?

ТЕСТ ***для самоконтроля*** **(ОПК-2/УК-4)**

Вопрос 1. Что понимается под микроструктурой материала? (ОПК-2)
а) Только внешняя форма и размеры частиц порошка
б) Внутреннее строение материала на микроуровне: фазовый состав, тип и размер зёрен, границы зёрен, дефекты, распределение фаз
в) Химический состав материала, определённый методом ЭДС
г) Температура плавления и термическая стабильность
Правильный ответ: б).
Пояснение: микроструктура – внутреннее строение материала на микроуровне (зёрна, границы, дефекты, распределение фаз). Внешняя форма и размеры частиц – это морфология; химический состав и термические свойства определяются другими методами.

Вопрос 2. Какой метод обеспечивает наибольшее разрешение при исследовании внутренней структуры материала на нанометровом уровне (дислокации, границы зёрен)? (ОПК-2)
а) Оптическая микроскопия
б) Растровая электронная микроскопия (РЭМ)
в) Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)
г) Рентгеновская компьютерная микротомография
Правильный ответ: в).
Пояснение: ПЭМ обеспечивает нанометровое разрешение и позволяет видеть дислокации, дефекты упаковки, границы зёрен и кристаллическую решётку. Оптическая микроскопия ограничена дифракцией (~0,2 мкм), РЭМ даёт информацию преимущественно о поверхности, микротомография – о трёхмерном распределении фаз и пор.

Вопрос 3. В чём принципиальное ограничение разрешающей способности оптической микроскопии? (ОПК-2)
а) Отсутствием источника света
б) Дифракцией видимого света (предел ~0,2 мкм)
в) Невозможностью исследовать непрозрачные образцы
г) Требованием вакуума

Правильный ответ: б).

Пояснение: предельное разрешение оптической микроскопии ограничено дифракцией видимого света (400–700 нм) и составляет ~0,2 мкм. Требование вакуума относится к электронной микроскопии, а непрозрачные образцы исследуются в отражённом свете.

Вопрос 4. Какую информацию о порошке позволяет получить растровая электронная микроскопия (РЭМ) в сочетании с ЭДС-анализом? (ОПК-2)
а) Только форму частиц
б) Морфологию и размер частиц, их распределение по размерам, а также локальный элементный состав участков
в) Только температуру плавления
г) Только кристаллическую решётку

Правильный ответ: б).

Пояснение: РЭМ даёт морфологию поверхности, размер и форму частиц, их распределение; ЭДС-детектор позволяет определять локальный элементный состав. Кристаллическая решётка исследуется методами дифракции (РФА, ПЭМ), температура плавления – термическим анализом.

Вопрос 5. Какие требования предъявляются к подготовке поверхности образца для оптической микроскопии при выявлении микроструктуры? (ОПК-2)
а) Достаточно произвольного скола образца
б) Механическая шлифовка и полировка до зеркальной поверхности, затем химическое или электролитическое травление для выявления границ зёрен и фаз
в) Образец должен быть обязательно прозрачным
г) Образец должен быть нагрет до температуры плавления

Правильный ответ: б).

Пояснение: для выявления микроструктуры образец шлифуют и полируют до зеркальной поверхности, затем травят для избирательного растворения границ зёрен и фаз. Качество полировки и правильность травления определяют достоверность интерпретации.

Вопрос 6. Почему для исследования диэлектриков в РЭМ на поверхность образца наносят тонкое токопроводящее покрытие? (ОПК-2)
а) Для увеличения механической прочности образца
б) Для снятия заряда, накапливающегося на поверхности под электронным пучком
в) Для изменения химического состава поверхности
г) Для повышения температуры образца

Правильный ответ: б).

Пояснение: на диэлектриках под электронным пучком накапливается заряд, искажающий изображение; тонкое покрытие (Au, C) обеспечивает стекание заряда. Покрытие не предназначено для изменения состава или прочности.

Вопрос 7. Как по изображению микроструктуры количественно оценить объёмную долю фазы или пористость? (ОПК-2)
а) По цвету образца

б) По доле площади изображения, занимаемой соответствующей фазой (порами), с пересчётом на объёмную долю по принципу стереологии
в) По массе образца до и после съёмки
г) По увеличению микроскопа

Правильный ответ: б).

Пояснение: проводят сегментацию изображения, вычисляют долю площади, занимаемую фазой или порами, и по принципу стереологии для изотропной структуры пересчитывают на объёмную долю. Анализируют несколько полей зрения для статистической надёжности.

Вопрос 8. Какую информацию о микроструктуре композиционного материала даёт анализ РЭМ-изображений? (ОПК-2)
а) Только химический состав матрицы
б) Распределение наполнителя в матрице, размер и форму частиц, объёмную долю фаз, характер межфазной границы, пористость и дефекты
в) Только температуру стеклования матрицы
г) Только кристаллическую структуру наполнителя

Правильный ответ: б).

Пояснение: анализ изображений позволяет оценить распределение наполнителя (равномерное, агломерированное), размер и форму частиц, объёмную долю фаз, характер межфазной границы, пористость и дефекты. Температура стеклования определяется ДСК, кристаллическая структура – РФА.

Вопрос 9. При представлении результатов исследования микроструктуры в отчёте необходимо указать условия съёмки и способ подготовки образцов. Какое требование деловой коммуникации при этом соблюдается в первую очередь? (УК-4)

Примерный ответ: Точность, полнота и проверяемость, чтобы результаты были воспроизводимы: указываются метод, прибор, увеличение, ускоряющее напряжение, тип детектора, способ подготовки образца (шлифовка, полировка, травление, напыление). Без этих условий проверка результатов невозможна.

Вопрос 10. Как следует устно доложить коллегам о результатах исследования микроструктуры композита, чтобы сообщение было корректным и убедительным? (УК-4)

Примерный ответ: Корректное устное сообщение включает: объект и методы (оптическая микроскопия, РЭМ), наблюдаемую морфологию и микроструктуру (размеры частиц, агломераты, пористость), интерпретацию с оговоркой (например, «для подтверждения влияния на прочность требуется сопоставление с механическими испытаниями») и вывод. Расплывчатость и выводы без количественных данных нарушают нормы деловой коммуникации.

Практическое занятие № 9 «Синтез наноматериалов и нанопокрытий. Синтез композитов»

Вопросы для самоконтроля **(ОПК-2/УК-4)**

1. Какие две основные группы методов синтеза наноматериалов выделяют по агрегатному состоянию среды, и в чём их принципиальное различие?
2. В чём отличие биогенного синтеза наночастиц (с использованием растений или микроорганизмов) от традиционного коллоидного синтеза?
3. Какой метод газофазного синтеза позволяет получать наноматериалы и тонкие плёнки при атмосферном давлении с использованием электрифицированного нагрева?

4. Какие методы используются для получения керамических композиционных материалов с непрерывными волокнами?
5. В чём суть метода порошковой металлургии при получении композитов, и какие основные стадии он включает?
6. Какие жидкофазные методы получения композитов существуют и каковы их основные преимущества и недостатки?
7. Какие методы синтеза нанопокрытий позволяют формировать металлические наноструктуры с контролируемой морфологией, и как осуществляется контроль?
8. Какие методы синтеза наноматериалов относятся к газофазным, и какие типы продуктов они позволяют получать?
9. При представлении результатов синтеза наноматериалов или композитов в отчёте необходимо указать метод, условия и характеристики продукта. Какие нормы деловой коммуникации при этом соблюдаются?
10. Как следует устно доложить коллегам о результатах синтеза композита, чтобы сообщение было убедительным и корректным?

ТЕСТ *для самоконтроля* (ОПК-2/УК-4)

Вопрос 1. Какой метод синтеза наноматериалов основан на гидролизе и поликонденсации прекурсоров с образованием золя и последующим переходом в гель? (ОПК-2)
а) Электроосаждение
б) Золь-гель метод
в) Дуговой разряд
г) Лазерная абляция

Правильный ответ: б).

Пояснение: золь-гель метод включает гидролиз и поликонденсацию прекурсоров (обычно алкоголятов металлов) с образованием золя, который затем гелеобразуется. Метод позволяет получать оксидные наночастицы с контролируемым размером и морфологией. Электроосаждение – электрохимический метод, дуговой разряд и лазерная абляция – газофазные методы.

Вопрос 2. Какие основные стадии включает золь-гель синтез наночастиц оксида цинка (ZnO)? (ОПК-2)
а) Плавление, испарение, конденсация, кристаллизация
б) Растворение, гидролиз, полимеризация, превращение в ZnO
в) Прессование, спекание, охлаждение, травление
г) Электроосаждение, промывка, сушка, напыление

Правильный ответ: б).

Пояснение: синтез ZnO NPs золь-гель методом включает четыре основные стадии: растворение, гидролиз, полимеризацию и превращение в ZnO. Метод отличается простотой, низкой стоимостью и высокой контролируемостью.

Вопрос 3. В чём основное преимущество электрохимических методов (электроосаждения) для формирования металлических наноструктур и нанопокрытий? (ОПК-2)
а) Возможность получать только оксидные материалы
б) Мягкие условия, высокая воспроизводимость, масштабируемость и контроль морфологии через скорость осаждения (перенапряжение)
в) Обязательное использование вакуума
г) Отсутствие необходимости в электролите

Правильный ответ: б).

Пояснение: электроосаждение позволяет получать микро- и наноструктуры в мягких условиях с высокой воспроизводимостью и масштабируемостью; морфология контролируется кинетикой процесса, в частности перенапряжением. Метод не требует вакуума и использует электролит.

Вопрос 4. Какой метод позволяет получать полимерные композитные нановолокна с равномерно распределённым наполнителем (например, наночастицами BN или углеродными нанотрубками)? (ОПК-2)
а) Порошковая металлургия
б) Электроформование (электроспиннинг)
в) Химическая инфильтрация из паровой фазы (CVI)
г) Направленная кристаллизация

Правильный ответ: б).

Пояснение: электроформование (electrospinning) позволяет получать полимерные нановолокна с равномерно распределёнными наночастицами (например, PVA/BN, PAN/MWCNTs). Метод обеспечивает высокую удельную поверхность и возможность функционализации. Порошковая металлургия и CVI применяются для других классов композитов.

Вопрос 5. Какое основное ограничение золь-гель метода при синтезе наноматериалов? (ОПК-2)
а) Невозможность получения оксидных материалов
б) Многостадийность и длительность процесса (может занимать несколько дней), а также возможные остаточные органические примеси
в) Обязательное использование высокого давления
г) Отсутствие контроля за размером частиц

Правильный ответ: б).

Пояснение: существенный недостаток золь-гель синтеза – сложность, многостадийность и длительность процесса (до нескольких дней), а также использование сложных и зачастую дорогостоящих и токсичных реагентов, которые могут приводить к остаточным органическим примесям. Метод, напротив, эффективен для получения пористых наноматериалов и позволяет контролировать размер частиц.

Вопрос 6. Какие методы относятся к газофазным методам синтеза наноматериалов? (ОПК-2)
а) Золь-гель, соосаждение, гидротермальный синтез
б) Распылительный пиролиз, дуговой разряд, лазерная абляция
в) Электроформование, электроосаждение, химическое осаждение
г) Порошковая металлургия, спекание, прессование

Правильный ответ: б).

Пояснение: к газофазным методам относятся распылительный пиролиз, дуговой разряд, лазерная абляция, а также электрифицированное осаждение из паровой фазы (EVD). Они позволяют получать металлические и оксидные нанопорошки, углеродные нанотрубки, графеновые плёнки. Золь-гель и соосаждение – жидкофазные методы, электроформование – метод получения волокон из раствора.

Вопрос 7. Какой метод используется для получения керамических композиционных материалов с непрерывными волокнами путём осаждения матрицы из газовой фазы в порах преформы? (ОПК-2/УК-4)
а) Полимерная инфильтрация и пиролиз (PIP)
б) Химическая инфильтрация из паровой фазы (CVI)
в) Шликерная инфильтрация

г) Электроформование

Правильный ответ: б).

Пояснение: CVI – метод, при котором керамическая матрица осаждается из газовой фазы в порах волокнистой преформы. Применяется для получения керамических композитов с непрерывными волокнами. PIP, шликерная инфильтрация – другие методы инфильтрации; электроформование – для полимерных нановолокон.

Вопрос 8. Почему наночастицы (например, BN) склонны к агрегации в полимерной матрице, и какие стратегии применяются для её предотвращения? (ОПК-2)

а) Из-за низкой поверхностной энергии; агрегация не происходит

б) Из-за высокой удельной поверхности, сильных ван-дер-ваальсовых сил и π–π-взаимодействий; для предотвращения применяют функционализацию поверхности, химическую модификацию и in situ полимеризацию

в) Из-за высокой температуры плавления полимера

г) Из-за отсутствия взаимодействия с полимером

Правильный ответ: б).

Пояснение: агрегация наночастиц (например, BN) обусловлена высокой удельной поверхностью, сильными ван-дер-ваальсовыми силами и π–π-взаимодействиями; для предотвращения применяют функционализацию поверхности, химическую модификацию и in situ полимеризацию. Агрегация ухудшает конечные свойства композита.

Вопрос 9. При представлении результатов синтеза наноматериалов или композитов в отчёте необходимо указать метод, условия и характеристики продукта. Какое требование деловой коммуникации при этом соблюдается в первую очередь? (УК-4)

Примерный ответ: Точность, полнота и проверяемость, чтобы результаты были воспроизводимы: указываются метод синтеза, параметры процесса, для композитов – тип матрицы и наполнителя, объёмная доля, метод консолидации, а также методы определения размера частиц и толщины покрытий. Без этих данных проверка результатов невозможна.

Вопрос 10. Как следует устно доложить коллегам о результатах синтеза композита, чтобы сообщение было корректным и убедительным? (УК-4)

Примерный ответ: Корректное устное сообщение включает: объект и метод (например, порошковая металлургия, электроформование), условия синтеза (температура, давление, объёмная доля наполнителя), результаты характеризации (размер частиц по РЭМ, пористость, прочность), интерпретацию с оговоркой (например, «для подтверждения отсутствия межфазных реакций требуется РФА») и вывод. Расплывчатость и выводы без количественных данных нарушают нормы деловой коммуникации.