Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»

Кафедра химии и химической технологии

“УТВЕРЖДАЮ”
ДЕКАН МТФ
к.т.н., доцент А.Г. Тюрин
“___”_____ _____ г.

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

ДИСЦИПЛИНЫ

Теоретические и экспериментальные методы в химии и химической технологии
Образовательная программа: 18.04.01 Химическая технология, магистерская программа: Химические технологии композиционных и функциональных материалов

Новосибирск 2023

Результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с установленными в программе индикаторами достижения компетенций проверяются при проведении мероприятий текущей аттестации (контроля) в процессе изучения дисциплины.

В 1 семестре обязательным этапом текущего контроля является расчетно-графическое задание (РГЗ). Требования к выполнению РГЗ, состав и правила оценки сформулированы в паспорте РГЗ.

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в 1 семестре - в форме экзамена, который направлен на оценку сформированности результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с установленными в программе индикаторами достижения компетенций ОПК-2 и УК-4, соотнесенных с ними индикаторов.

Экзамен проводится в форме письменного тестирования с использованием электронной информационно-образовательной среда НГТУ (http:// www.nstu.ru/sveden/eos).

Общие правила выставления оценок текущей и промежуточной аттестации по дисциплине определяются балльно-рейтинговой системой, приведенной в рабочей программе дисциплины.

На основании критериев, приведенных в п. 2, осуществляется оценка уровней достигнутых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с установленными в программе индикаторами достижения компетенции ОПК-2 и УК-4, закрепленных за дисциплиной.

Общая характеристика уровней результатов обучения, соотнесенных с индикаторами достижения компетенций

Продвинутый. Теоретическое содержание курса освоено полностью. Студент демонстрирует систематическое и глубокое понимание учебного материала и способность к самостоятельному пополнению и обновлению знаний в ходе дальнейшей учебной работы и профессиональной деятельности. Сформированы необходимые навыки практической работы. Все учебные задания, предусмотренные программой обучения, выполнены качественно, без замечаний. Результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с установленными в программе индикаторами достижения компетенций, оценены числом баллов, входящим в диапазон продвинутого уровня.

Базовый. Теоретическое содержание курса освоено в объеме, необходимом для дальнейшей учебы и профессиональной деятельности. Навыки практической работы сформированы на базовом уровне. Все предусмотренные программой обучения учебные задания выполнены с небольшими погрешностями. Результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с установленными в программе индикаторами достижения компетенций, оценены числом баллов в пределах базового уровня.

Пороговый. Теоретическое содержание курса освоено в объеме, необходимом для дальнейшей учебы и профессиональной деятельности. Некоторые практические навыки работы сформированы с пробелами. Учебные задания, предусмотренные программой обучения, выполнялись с ошибками, исправленными под руководством преподавателя. Результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с установленными в программе индикаторами достижения компетенций, оценены числом баллов в пределах порогового уровня.

Ниже порогового. Теоретическое содержание курса освоено фрагментарно. Необходимые навыки практической работы сформированы минимально. Большинство учебных заданий, предусмотренных программой обучения, не выполнены. Результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с установленными в программе индикаторами достижения компетенций, оценены числом баллов, входящих в диапазон ниже порогового уровня.

Паспорт экзамена

по дисциплине «Теоретические и экспериментальные методы в химии и химической технологии», 1 семестр

1. Методика оценки

Тестовые задания охватывают все содержание «Теоретические и экспериментальные методы химии и химической технологии».

Тест состоит из вопросов различного вида и позволяет проверить результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с установленными в программе индикаторами достижения компетенций.

2. Критерии оценки результатов обучения, соотнесенных с уровнями освоения индикаторов достижения компетенций

Выполнение теста засчитывается на **продвинутом** уровне, если студент правильно ответил на все вопросы теста, знает определения всех понятий, продемонстрировал способность безошибочно устанавливать последовательность и соответствие между процессами и явлениями, выявлять проблемы, предлагать механизмы их решения, представляет количественные и качественные характеристики определенных процессов и не допускает ошибок при решении задач Совокупность результатов обучения по дисциплине и соотнесенных с ними индикаторов достижения компетенций не содержит пробелов. Установленные в программе компетенции сформированы в полном объеме. Оценка составляет *от 35 до 40 баллов.*

Выполнение теста засчитывается на **базовом** уровне, если студент правильно ответил на ⅔ вопросов теста, знает определения основных понятий, продемонстрировал способность устанавливать последовательность и соответствие между процессами и явлениями, правильно характеризует процессы, явления, не допускает существенных ошибок при решении задач. Совокупность результатов обучения по дисциплине и соотнесенных с ними индикаторов достижения компетенций содержит несущественные пробелы. Установленные в программе компетенции сформированы на базовом уровне. Оценка составляет *от 34 до 27 баллов.*

Выполнение теста засчитывается на **пороговом** уровне, если студент правильно ответил от ½ до ⅔ вопросов теста, знает определения основных понятий, продемонстрировал способность устанавливать последовательность и соответствие между процессами и явлениями, при решении задач допускает непринципиальные ошибки, например, вычислительные. Совокупность результатов обучения по дисциплине и соотнесенных с ними индикаторов достижения компетенций содержит пробелы. Установленные в программе компетенции сформированы на пороговом уровне. Оценка составляет *от 26 до 20 баллов.*

Выполнение теста считается **неудовлетворительным**, если студент правильно ответил менее чем на половину вопросов теста, не знает определений понятий, не продемонстрировал способность устанавливать последовательность и соответствие между процессами и явлениями, при решении задач допускает принципиальные ошибки. Совокупность результатов обучения по дисциплине и соотнесенных с ними индикаторов достижения компетенций содержит существенные пробелы. Установленные в программе компетенции не сформированы. Оценка составляет *менее 20 баллов.*

3. Шкала оценки

Экзамен считается сданным, если сумма баллов по всем заданиям билета составляет от 20 до 40 баллов включительно. Сумма менее 20 баллов признается неудовлетворительным результатом промежуточной аттестации по дисциплине.

В общей оценке по дисциплине зачетные баллы учитываются в соответствии с правилами балльно-рейтинговой системы, установленными в НГТУ.

4. Фонд оценочных материалов (вопросы теста[1]) для оценки уровня сформированности компетенций и соотнесенных с ними индикаторов

5.

Формируемая компетенции	Индикаторы компетенций
ОПК-2 Способен использовать современные приборы и методики, организовывать проведение экспериментов и испытаний, проводить их обработку и анализировать их результаты	1. знает современные приборы и методики проведения исследований в области химии и химической технологии, способы организации проведения экспериментов и испытаний 2. умеет проводить обработку и анализировать результаты экспериментов и испытаний для решения профессиональных и научных задач

Вопросы теста для оценки сформированности компетенции ОПК-2 (по индикаторам 1, 2)

Вопрос 1. Что понимают под планированием эксперимента?

Ответ: Под планированием эксперимента понимают оптимальное управление экспериментом, когда определяется число и условия проведения опытов, необходимых и достаточных для решения поставленной задачи с требуемой точностью. Планирование эксперимента происходит тогда, когда экспериментатор, основываясь на данных, полученных до опыта и независимо от него, выбирает оптимальную модель, а на данных, полученных после опыта, – ее корректирует.

Вопрос 2. Насыщенность и композиционность плана эксперимента.

Ответ: В зависимости от типа решаемой задачи с помощью методов планирования эксперимента планы могут отличаться насыщенностью, связанной с разностью между числом точек спектра плана и числом оцениваемых параметров модели. Возможность выполнять эксперимент последовательно, переходя от более простых моделей, как правило, первого порядка, к более сложным (второго и более порядков), определяется свойством плана, называемым его композиционностью.

Вопрос 3. Приведите основные понятия теории планирования эксперимента.

Ответ: Основными понятиями теории планирования эксперимента являются эксперимент как система операций, воздействий и (или) наблюдений, направленных на получение информации об объекте исследования; план эксперимента как совокупность данных, определяющих число, условия и порядок реализации опытов; отклик как случайная переменная, наблюдаемая в ходе эксперимента; фактор как переменная величина, по предположению влияющая на результаты эксперимента; уровень как фиксированное(ые) значение(я) переменной величины относительно начала отсчета.

Вопрос 4. Химические методы получения нанопленок и нанопокрытий.

Ответ: Для получения нанопленок и нанопокрытий можно использовать метод осаждения из газовой фазы CVD, при котором органические прекурсоры, разлагаясь, образуют пленку или покрытие на поверхности.

Вопрос 5. Для равномерного нанесения покрытий на полную поверхность материала используют:

- ○ электрохимический метод
- ○ метод окраски
- ○ химическое осаждение из газовой фазы (CVD) ✔
- ○ метод магнетронного напыления из мишени

Вопрос 6. Основные методы синтеза углеродных наноматериалов.

Ответ: Среди углеродных материалов наиболее важными являются нанотрубки и графеновые материалы. Нанотрубки синтезируют методом темплатного синтеза с использованием наночастиц переходных металлов, на поверхности которых происходит каталитическое разложение метана, сопровождающееся ростом нанотрубки. Графеновые материалы синтезируют через стадию частичного окисления графита с образованием оксида графена и дальнейшего его восстановления.

Вопрос 7.Применение методов рентгеноструктурного анализа для анализа продуктов реакции.

Ответ: Метод рентгеноструктурного анализа широко применяется для анализа смесей твердых веществ и продуктов реакции. Метод позволяет провести фазовый анализ (определить количество и тип фаз) и идентифицировать

[1] Правильные ответы выделены галочкой

кристаллическую структуру каждой из этих фаз. Кроме того, по уширению дифракционных пиков можно оценить размер зерен каждой из этих фаз.

Вопрос 8. Качественная расшифровка рентгенограмм.

Ответ: Расшифровка рентгенограмм заключается в определении значений межплоскостных расстояний d по дифракционным максимумам и сравнительной интенсивности последних. Достоверность идентификации кристаллической фазы тем выше, чем больше отвечающих ей рефлексов на рентгенограмме. Обычно можно с уверенностью сказать о присутствии той или иной фазы при наличии не менее трех, отвечающих ей, наиболее интенсивных рефлексов.

Вопрос 9. Анализ функциональных групп методами ИК- и КР-спектроскопии.

Ответ: Методами ИК- и КР-спектроскопии можно получить информацию о функциональных группах, присутствующих в образце. Обычно для получения спектров твердофазный образец запрессовывают в порошок KBr или смешивают с вазелином. Однако существуют современные методики получения ИК- и КР-спектров методом отражения от поверхности твердого материала. Разработаны и коммерчески доступны ИК- и КР-микроскопы.

Вопрос 10. Анализ наличия воды в веществе методом ИК-спектроскопии.

Ответ: Для кристаллизационной воды характерны полосы поглощения при 3550-3200 $см^{-1}$ (антисимметричные и симметричные валентные колебания OH) и при 1630-1600 $см^{-1}$ (деформационные колебания HOH). В низкочастотной области (600-200 $см^{-1}$) наблюдаются либрационные колебания кристаллизационной воды, или крутильные колебания молекул воды, ограниченные взаимодействиями с соседними атомами.

Вопрос 11. Типы молекулярных колебаний. К плоским деформационным колебаниям относятся:

- ☐ ножничные ✔
- ☐ веерные
- ☐ маятниковые ✔
- ☐ торсионные

Вопрос 12. Как электронная микроскопия применяется для анализа морфологии продуктов реакции.

Ответ: Метод электронной микроскопии широко применяется для анализа смесей твердых веществ и продуктов реакции. Существует два метода: сканирующая СЭМ и просвечивающая ПЭМ. Метод СЭМ позволяет морфологию образца и определить характерный размер частиц в диапазоне 0,1-100 мкм. Метод ПЭМ более сложен в аппаратурном исполнении, однако он позволяет не только исследовать морфологию образца, но и определить межплоскостные расстояния, и кристаллическую структуру методом электронной микродифракции. Оба метода позволяют провести локальных химический элементный анализ образца и получить карты распределения элементов по образцу.

Вопрос 13. Методы электронной микроскопии, совмещенные с элементным анализом.

Ответ: Метод электронной микроскопии может быть дополнен элементным анализом. Для этого в камеру электронного микроскопа помещают детектор рентгеновского излучения или анализатор энергии вторичных электронов. Эти детекторы записывают вторичное излучение, образующееся в процессе работы электронного микроскопа. Это вторичное излучение несет информацию о типе и концентрации элементов в исследуемом материале.

Вопрос 14. Типы электронных микроскопов. По характеру исследования объектов электронные микроскопы делятся на следующие типы:

- ☐ просвечивающие ✔
- ☐ дифракционные
- ☐ сканирующие ✔
- ☐ адсорбционные
- ☐ растровые ✔
- ☐ эмиссионные ✔

Вопрос 15. К углеродным наноматериалам относятся:

- ○ графит
- ○ алмаз
- ○ цементит
- ○ МХены ✔

Вопрос 16. В чем преимущества и недостатки керамических технологий.

Ответ: Керамические технологии применяются для изготовления твердофазных материалов и композитов и включают две стадии: подготовка изделия и его спекание. Для подготовки изделия можно использовать метода экструзии, шликерного литья и прессования. Затем изделие спекается по заданной температурной программе при высоких температурах. Преимущества: простота. Недостатки: растрескивание, сложность получение плотных образцов и контроля микроструктуры.

Вопрос 17. Использование термолиза прекурсоров для получения материалов.

Ответ: Термолиз прекурсоров позволяет получить наноматериалы в одну стадию. При этом морфология продукта наследует морфологию исходных частиц. Полученный продукт можно использовать как армирующую фазу для получения функциональных наноматериалов.

Вопрос 18. Выбор темы и объекта исследования.

Ответ: Выбор постановки проблемы или темы является весьма сложной и ответственной задачей и включает в себя ряд этапов:

– формулирование проблемы;

– разработка структуры проблемы (выделяют темы, подтемы и вопросы);

– установление актуальности проблемы, т.е. ее ценности для науки и техники.

После обоснования проблемы и установления ее структуры приступают к выбору темы научного исследования. К теме предъявляют ряд требований: актуальность, новизна, экономическая эффективность и значимость. Критерием для установления актуальности чаще всего служит экономическая эффективность. Для теоретических исследований требование экономичности может уступать требованию значимости.

Вопрос 19. Базы данных для поиска научной информации.

Ответ: Поиск патентной информации проводится в патентных базах данных Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам Российской Федерации (Роспатент), Всемирной организации интеллектуальной собственности (WIPO), Европейского патентного бюро (EPO). При поиске научно-технической информации используются наукометрические системы Web of Science, Scopus, РИНЦ, Google Scholar.

Вопрос 20. Проведение патентных исследований исполнителем НИР.

Ответ: Исполнитель научно-исследовательских работ проводит при прогнозировании, перспективном и текущем планировании научных исследований, выборе направлений исследований для создания новых и модернизации существующих объектов техники и их технико-экономическом обосновании; при определении инжиниринговых услуг; при изыскании, исследовании применения объектов техники по новому назначению; при выполнении научно-исследовательских работ и их этапов; при осуществлении научно-технического сотрудничества.

Вопрос 21. Патентные исследования.

Ответ: Патентные исследования—исследования технического уровня и тенденций развития объектов хозяйственной деятельности, их патентоспособности, патентной чистоты, конкурентоспособности (эффективности использования по назначению) на основе патентной и другой информации. Патентные исследования проводят хозяйствующие субъекты могут проводить исполнители фундаментальных исследований с практическим выходом продукции и исследований прикладного характера; исполнители НИР и ОКР и др. субъекты (заказчики, изготовители).

Вопрос 22. Методы термического анализа и их применение для контроля химических процессов.

Ответ: Для контроля химических процессов используются методы термического анализа, включающие дифференциальный термический анализ, термогравиметрический анализ, калориметрический анализ, в том числе дифференциальная сканирующая калориметрия, и синхронный термический анализ.

Вопрос 23. Метод синхронного термического анализа.

Ответ: Метод синхронного термического анализа заключается в одновременном исследовании изменения массы, теплового эффекта, состава и концентрации выделяющихся газов в процессе физико-химического превращения, протекающего при нагревании исходной смеси.

Вопрос 24. Области применения ДТА (ДСК). К области применения ДТА (ДСК) и ТГА не относится:

- Изучение полиморфных превращений материалов и контроль их свойств
- Построение фазовых диаграмм
- Определение кристаллической структуры веществ ✔
- Изучение механизмов разложения веществ
- Изучение кинетики твердофазных реакций
- Определение энтальпии фазовых переходов или энтальпии реакций

Вопрос 25. Первая группа критериев оптимальности: критерий D-оптимальности.

Ответ: Критерий D-оптимальности представляет интерес для задач о выделении доминирующих параметров на начальных этапах (задач факторного анализа) или для выявления несущественных параметров. Этот критерий требует такого расположения точек плана, которое соответствовало бы минимальному объему эллипсоида рассеяния ошибок (минимума произведения всех дисперсий коэффициентов полинома). Этот критерий часто применяется при поиске оптимума функции отклика.

Вопрос 26. Вторая группа критериев оптимальности.

Ответ: Вторую группу критериев образуют критерии для задач описания поверхности отклика, определения ограничений для значений параметров функции отклика. Основным критерием здесь является критерий G-оптимальности, который требует такого построения точек экспериментального плана, когда достигается минимальное значение максимальной дисперсии оценки функции отклика.

Вопрос 27. Первая группа критериев оптимальности. К первой группе критериев оптимальности не относится:

- Критерий A-оптимальности
- Критерий E-оптимальности
- Критерий G-оптимальности ✔
- Критерий D-оптимальности

Вопрос 28. Методом золь-гель получают:

- металлы и сплавы
- пленки керамических материалов ✔
- монокристаллические заготовки
- нанопроволоку

Вопрос 29. В чем заключается особенность СВС-синтеза.

Ответ: Для получения тугоплавких веществ используют самораспространяющийся высокотемпературный синтез. Синтез происходит под действием тепла, выделяющегося в процессе химической реакции. Очень хорошо синтезируются карбиды, нитриды, силициды. Для инициирования СВС процесса используется внешний импульсный нагрев.

Вопрос 30. В чем заключается стратегия темплатного синтеза.

Ответ: Синтез с использованием особых веществ, контролирующих морфологию получаемого материала, называют темплатным синтезом. Продукт реакции либо полностью наследует микроструктуру темплата, либо определяется условиями химической реакции в присутствии темплата. Существует два типа темплатов: удаляемые и неудаляемые. Примеры темплатов: мицеллярные системы, пористые материалы, нанотрубки, нанослои.

Формируемая компетенции	Индикаторы компетенций
УК-4 Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном(ых) языке(ах), для академического и профессионального взаимодействия	2. умеет применять на практике коммуникативные технологии, методы и способы делового общения для академического и профессионального взаимодействия

Вопросы теста для оценки сформированности компетенции У4-2 (по индикатору 2)

Вопрос 1. Тепловые эффекты на кривой ДТА.

Ответ: При появлении теплового эффекта в веществе возникает разность температур между исследуемым веществом и эталоном. Тепловые эффекты в веществе при его нагревании сопровождаются появлением на кривой ДТА пиков, площадь которых пропорциональна величине теплового эффекта (при одинаковых навесках вещества). Эндотермические эффекты отражаются на дифференциальной записи резкими отклонениями кривой в сторону абсцисс (вниз), а при экзоэффекте - в обратном направлении (вверх).

Вопрос 2. Интерпретация тепловых эффектов на кривой ДТА.

Ответ: Приемом, используемым для интерпретации полученных результатов, является изучение тепловых эффектов на кривых ДТА, проявляющихся как при нагревании, так и при охлаждении образца. Это позволяет разделить обратимые (например, плавление/затвердевание) и необратимые превращения (например, большинство реакций разложения). Если при нагревании наблюдаются три эндотермических эффекта, связанные с дегидратацией, полиморфным превращением и плавлением вещества. То при охлаждении будут наблюдаться только два экзотермических эффекта, связанные с обратимыми процессами: затвердевание и полиморфное превращение. Гидратации (присоединения воды) образцом не происходит. Дегидратация - необратимый процесс.

Вопрос 3. Совместное применение ДТА (ДСК) и ТГА.

Ответ: Для решения многих задач весьма эффективным оказалось применение комбинации методов ДТА и ТГА, поскольку в этом случае на кривых ДТА удается выделить тепловые эффекты, которые отвечают процессам, происходящим с изменением массы, и эффекты, соответствующие процессам, идущим без изменения массы. Например, дегидратация - эндотермический процесс, тепловой эффект которого можно обнаружить на кривой ДТА. При этом на кривой ТГ наблюдаем уменьшение массы образца. При переходе метастабильной модификации вещества в стальную на кривой ДТА наблюдаем экзотермический эффект, который не сопровождается изменением массы на кривой ТГ.

Вопрос 4. К эмпирическим методам исследования относятся:

- ☐ изучение и обобщение результатов деятельности ✓
- ☐ измерение ✓
- ☐ моделирование
- ☐ эксперимент ✓

Вопрос 5. Отличительные особенности материалов от химических веществ.

Ответ: Основное отличие материала от вещества заключается в том, что материалы чаще всего представляют собой композицию нескольких веществ (смесь веществ). Из материала можно изготовить изделия и физические тела. А химическое вещество составляет основу материалов.

Вопрос 6. К теоретическим методам исследования относятся:

- ☐ Теоретический анализ ✓
- ☐ Обобщение ✓
- ☐ Измерение
- ☐ Сравнение ✓
- ☐ Аксиоматизация ✓
- ☐ Моделирование ✓
- ☐ Эксперимент

Вопрос 7. Эксперимент как эмпирический метод научного исследования. Виды экспериментов.

Ответ: Под экспериментом понимают научную постановку опытов и наблюдение за поведением исследуемого явления в строго учитываемых условиях. Экспериментальные данные формируются путем пассивного наблюдения либо с помощью активного эксперимента. При пассивном наблюдении информация получается путем регистрации необходимых сведений в условиях обычного функционирования объекта. В активном эксперименте производится целенаправленное воздействие на объект по заранее составленной схеме, плану эксперимента.

Эксперименты различаются:
– по контролируемым величинам (пассивный и активный);
– по структуре изучаемых объектов и явлений (простые, сложные);
– по способу формирования условий (естественный и искусственный);
– по числу варьируемых факторов (однофакторный и многофакторный);
– по организации проведения (лабораторные, натурные, полевые, производственные и т.п.)
и др. классификации.

Вопрос 8. Задачи планирования эксперимента.

Ответ: Методы планирования эксперимента могут решать принципиально две различные по типу задачи:
1) получить наиболее точную модель, описывающую экспериментальные данные; 2) минимизировать количество экспериментов, дающих возможность описать экспериментальные данные с приемлемой статистической значимостью. Задачей любого планирования эксперимента является подбор коэффициентов некоторой регрессионной модели, описывающей экспериментальные данные.

Вопрос 9. Закон распределения случайных погрешностей.
Ответ: Случайные погрешности чаще всего подчиняются нормальному закону распределения. Это является следствием действия центральной предельной теоремы: случайная величина, являющаяся суммой достаточно большого числа взаимно независимых случайных величин, каждая из которых мало влияет на всю сумму, имеет распределение близкое ку нормальному. Так, погрешность измерения возникает как результат суммарного воздействия большого числа взаимно независимых факторов и потому является случайной величиной, удовлетворяющей условиям центральной предельной теоремы.

Вопрос 10. По характеру проявления выделяют следующие погрешности измерения:
- ☐ Систематическая погрешность ✓
- ☐ Аддитивная погрешность
- ☐ Инструментальная погрешность
- ☐ Случайная погрешность ✓
- ☐ Статистическая погрешность
- ☐ Грубая погрешность (грубый промах) ✓

Вопрос 11. Цель научного исследования.

Ответ: Целью научного исследования является достоверное и всестороннее изучение объекта, процесса или явления, их структуры, связей и отношений на основе разработанных в науке научных принципов и методов познания, а также получение и внедрение в производство полезных для человека результатов. В каждом научном исследовании выделяется объект и предмет исследования. Объект научного исследования – это материальная идеальная природная или искусственная система. Предмет научного исследования – это структура системы, закономерности взаимодействия как внутри, так и вне ее, закономерности развития, качества, различные ее свойства и т.д.

Вопрос 12. Классификация научных исследований.
Ответ: Научные исследования по характеру связей с производством и степени важности классифицируются на следующие основные виды: фундаментальные, прикладные и разработки. Фундаментальные научные исследования направлены на открытие и изучение новых явлений и законов природы, создание новых принципов и методов исследования с целью расширения научного знания общества и установления их практической пригодности. Прикладные научные исследования направлены на поиск способов использования законов природы, создание новых и совершенствование существующих средств и способов человеческой деятельности. Они базируются на знаниях, полученных при проведении фундаментальных исследований. Прикладные исследования делятся на поисковые, научно-исследовательские и опытно-конструкторские.

Вопрос 13. Методами ИК- и КР-спектроскопии можно извлечь информацию о:

○ электронной структуре глубоких атомных уровней

○ прочности материала

○ наличии функциональных химических групп ✓

Вопрос 14. Информация о составе вещества из ИК- и КР-спектров.

Ответ: ИК- и КР-спектры представляют собой графическую зависимость интенсивности поглощенного или рассеянного излучения от частоты, или волнового числа падающего света. Положение полосы в ИК-спектре той или иной молекулы (или группы атомов) будет в основном определяться силой связи между атомами и их массой. Чем сильнее связь и чем меньше масса атомов, тем выше частота поглощения данной связи, т.е. тем больше энергии нужно затратить на колебание этой связи. Таким образом, ИК-спектр (число полос поглощения, соответствующее им волновое число и интенсивность полос) полностью определяется структурой вещества.

Вопрос 15. КР-спектр углеродных нанотрубок.

Ответ: КР-спектроскопия является полезным и информативным методом для диагностики состояния углеродных нанотрубок, включая такие параметры, как однослойность и многослойность трубок, их диаметр, хиральность, чистота и многое другое. В типичном КР-спектре углеродных волокон, состоящих из нанотрубок, практически отсутствует D-мода (1340 $см^{-1}$), фиксируя высокое совершенство нанотрубок. Отчетливо наблюдаются G-мода (1591 $см^{-1}$), обертон D-моды (удвоенного по частоте колебания при 2631 $см^{-1}$), регистрируются низкочастотные линии в области 100-500 $см^{-1}$.

Вопрос 16. Получение рентгенограмм.

Ответ: Для проведения рентгеновских исследований необходимы: источник рентгеновского излучения; исследуемый образец (тонкоизмельченный порошок), помещенный на специальный столик с гониометром, и детектор рассеянных лучей (счетчик Гейгера и система обработки данных). В дифрактометре образец находится в центре окружности постоянного радиуса, по которой движется счетчик. При этом образец вращается одновременно со счетчиком. Угловая скорость вращения счетчика (2 Q) в 2 раза превышает угловую скорость вращения образца (Q). Рентгеновское излучение, отразившись от образца, попадает в счетчик, где преобразуется в электрический сигнал (в счетчике Гейгера-Мюллера используется способность рентгеновских лучей ионизировать газ). Записывается рентгенограмма в координатах I – 2Q.

Вопрос 17. Метод Ритвельда.

Ответ: Метод Ритвельда впервые был использован для уточнения структуры по порошковым данным, полученным с помощью нейтронного излучения, в работах Ритвельда (Rietveld, 1967, 1969). Принцип метода состоит в том, чтобы использовать независимые измерения интенсивности в каждой точке дифрактограммы, описывая профиль линии с использованием аналитических функций, вместо использования интегральной интенсивности рефлексов. Параметры функций, включающие структурные, приборные и другие характеристики, уточняются с помощью нелинейного метода наименьших квадратов. Данный метод уточнения структурных данных по используется в программах FULLPROF (некоммерческая) и TOPAS (коммерческая).

Вопрос 18. Рентгеновский дифрактометр. В основном блоке рентгеновского дифрактометра размещены:

☐ генератор рентгеновского излучения на основе водоохлаждаемой рентгеновской трубки ✓

☐ гониометр, предназначенный для высокоточного измерения углов дифракции рентгеновского излучения ✓

☐ сцинтилляционный детектор рентгеновского излучения ✓

☐ контроллер для обеспечения передачи информации между основным блоком и блоком обработки данных ✓

☐ термопара и образец сравнения

☐ отдельный блок обработки информации, состоящий из персонального компьютера с установленным специализированным программным обеспечением ✓

Вопрос 19. Анализ элементного состава продуктов реакции методами спектроскопии.

Ответ: Для элементного состава используют несколько основных методов: Метод атомно-адсорбционной спектроскопии, наиболее точен (может определить концентрацию порядка 0,1 млн долей) и основан на анализе атомных спектров поглощения элементов. Однако он требует использования дорогостоящих спектрометров, сложной пробоподготовки и тщательной калибровки. Более простыми являются методы рентгено-флюоресцентного анализа и Оже-спектроскопии.

Вопрос 20. Методы масс-спектрометрии.

Ответ: Масс-спектрометрия является одним из наиболее чувствительных методов получения аналитической информации. В камере масс-спектрометра образец ионизируется и ионы ускоряются в электрическом поле и разделяются в поперечном магнитном поле. В результате получается масс-спектр, в котором присутствуют все фрагменты исследуемого материала. Масс-спектрометрия используется для обнаружения следовых количеств веществ, изотопного анализа, исследования поверхностных слоев и диффузий методом вторичной масс-спектрометрии.

Вопрос 21. Определение удельной поверхности образцов.

Ответ: Метод заключается в адсорбции азота или аргона поверхностями анализируемого образца и образца сравнения при температуре нормальной точки кипения азота, последующей десорбции при комнатной температуре и сравнении десорбированных масс азота или аргона. Современные приборы позволяют производить измерение удельной поверхности дисперсионных и пористых материалов по методу БЭТ. Измерение происходит в автоматическом режиме. Для вычисления площади поверхности адсорбента определяется объем газа относительно мономолекулярного слоя и площадь поперечного сечения молекулы адсорбированного газа.

Вопрос 22. При обработке данных дисперсионного анализа геометрическим методом рассчитываются следующие параметры:

- ☐ Средний размер частиц ✓
- ☐ Удельная рефракция
- ☐ Стандартное отклонение ✓
- ☐ Среднее отклонение
- ☐ Степень асимметрии ✓
- ☐ Стандартная ошибка

Вопрос 23. К методам получения пленок и покрытий относятся:

- ○ методы механической активации
- ○ химическое осаждение из газовой фазы (CVD) ✓
- ○ метод гидротермального синтеза
- ○ метод ультразвуковой обработки

Вопрос 24. В чем сходства и отличия гидротермального и сольвотермального методов синтеза.

Ответ: В обоих случаях синтез проводят в жидкой среде при высоких температурах и давлениях. Для гидротермального используются реакции, проводимые в водных растворах. Для сольвотермального синтеза вместо воды используются другие растворители, что позволяет существенно расширить область применения метода.

Вопрос 25. Золь-гель технология получения материалов.

Ответ: Методом соосаждения в присутствии ПАВ можно получить тонкодисперсный золь, переходящий в гель гибридного материала, в котором неорганические наночастицы связаны органическим связующим. При разложении геля образуется ксерогель – дисперсная смесь соосаждаемых веществ. Из нее очень легко получить керамические материалы, пленки, аэрогели.

Вопрос 26. Устройство растрового электронного микроскопа.

Ответ: Растровый электронный микроскоп является одним из самых универсальных инструментов, применяемых для изучения и анализа морфологии микроструктуры и характеристик химического состава. Растровый электронный микроскоп состоит из трех основных частей: источника питания, электронно-оптической колонны с камерой для образцов и источником электронов, а также системы индикации изображения.

Вопрос 27. Сведения, полученные методом растровой электронной микроскопии.

Ответ: Из информации, получаемой методом растровой электронной микроскопии, основными являются сведения о локальных изменениях топографии и химического состава поверхности. Соответственно выделяют топографический и композиционный контрасты. Характерная черта топографического контраста в растровой электронной микроскопии – повышенная яркость изображения острых вершин и выступов рельефа (краевой эффект), вызванная увеличенным выходом электронов с этих участков. Характерная черта композиционного контраста в растровой электронной микроскопии – места, обогащенные более тяжелыми элементами, отражают больше электронов и выглядят на изображении более светлыми.

Вопрос 28. Термогравиметрический анализ (ТГА).

Ответ: Термогравиметрия - метод измерения изменений массы вещества в зависимости от температуры или времени. На практике результаты таких экспериментов регистрируют непрерывно в виде кривой потери массы (кривая ТГ). Величины потери массы, рассчитанные из кривой ТГ, являются основными экспериментально определяемыми характеристиками, которые используются для количественных расчетов изменения состава системы.

Вопрос 29. Дифференциальный термический анализ (ДТА).

Ответ: Принципиально дифференциальный термический анализ (ДТА) основан на сравнении температуры образца с температурой вещества сравнения (эталона) в процессе запрограммированного изменения температуры. Температуры исследуемого вещества и эталона должны быть одинаковыми до начала фазовых превращений, таких, как плавление, разложение или изменение кристаллической структуры, происходящих в образце. В течение этих превращений температура образца либо отстает (эндотермический процесс), либо опережает (экзотермический процесс) температуру эталона.

Вопрос 30. Дифференциальная сканирующая калориметрия.

Ответ: Метод ДСК во многом аналогичен методу ДТА. Для проведения исследования методом ДСК также используют два образца - исследуемый и эталонный, но при несколько иной конструкции ячейки. В некоторых вариантах метода ДСК конструкция ячейки обеспечивает в ходе всего процесса программированного нагревания поддерживание одинаковой температуры образца и эталона; этого добиваются путем подвода к образцу дополнительного тепла извне (или путем отвода тепла от образца, если тепловой эффект экзотермический) до достижения равенства температур исследуемого образца и эталона. Измеряя количество подведенного тепла, можно непосредственно определить изменение энтальпии исследуемого превращения

Паспорт расчетно-графического задания

по дисциплине «Теоретические и экспериментальные методы в химии и химической технологии», 1 семестр

1. Методика оценки

Выполнение расчетно-графического задания (далее - РГЗ) является формой текущего контроля по дисциплине, предусмотренной учебным планом.

Цель РГЗ: студенты должны освоить и научиться методам планирования эксперимента и обработки экспериментальных данных, интерпретировать результаты инструментальных методов исследования материалов.

Обязательным элементом РГЗ являются решение задач, направленных на освоение навыков интерпретации результатов инструментальных методов исследования материалов, представление результатов исследования в графическом виде, составление плана эксперимента и статистическая обработка экспериментальных данных.

Номер задания соответствует порядковому номеру студента в списке группы.

РГЗ выполняется индивидуально.

Количество заданий достаточно для обеспечения, каждого обучающегося индивидуальным заданием РГЗ.

Замена задания РГЗ осуществляется по согласованию с преподавателем из числа резервных (не занятых) заданий.

Перед выполнением задания студент должен ознакомиться теоретическим материалом дисциплины.

Преподаватель осуществляет руководство по выполнению задания, оказывает консультационную помощь и принимает отчет по РГЗ.

По результатам выполнения РГЗ выполняется отчет, который состоит из следующих частей:

1. Титульный лист.
2. Задание 1.
3. Задание 2.
4. Задание 3.
5. Список литературы и источников.

В первом задании, используя данные рентгенофазового анализа, необходимо провести идентификацию твердого прекурсора и продукта его окислительного термолиза с использованием базы данных ICDD PDF-4 (2011 г.). Привести сравнение дифрактограмм соединений со штрих-спектрами, смоделированными по cif-файлам. Привести составы соединений. Состав прекурсора подтвердить данными ИК- и КР-спектроскопией, для чего следует указать характеристические полосы колебаний, наблюдаемых для найденного состава. Описать данные термического анализа.

Во втором задании необходимо провести поиск патентной информации о способах синтеза прекурсора и его окислительного термолиза с получением заданного функционального материала в патентных базах данных Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам Российской Федерации (Роспатент, режим доступа: https://www.fips.ru), Всемирной организации интеллектуальной собственности (WIPO, режим доступа: https://patentscope.wipo.int/search/en/search.jsf), Европейского патентного бюро (EPO, режим доступа: https://worldwide.espacenet.com/), базе данных патентного поиска Orbit Intelligence компании Questel (режим авторизованного доступа: https://orbit.com). При поиске научно-технической информации использовать наукометрические системы Web of Science (режим доступа: https://www.webofscience.com/), Scopus (режим доступа: https://www.scopus.com/), РИНЦ (режим доступа: https://elibrary.ru/), Google Scholar (режим доступа: https://scholar.google.com/). Найденные источники представить в виде списка литературы в конце работы. На основании проведенного поиска и данных термического анализа подобрать оптимальные условия для окислительного термолиза прекурсора. Провести анализ найденных источников, определить наиболее перспективный способ получения функционального материала с точки зрения современной техники.

В третьем задании необходимо составить план эксперимента получения заданного функционального материала путем окислительного термолиза предлагаемого прекурсора. В рамках данного задания следует рассмотреть задачу по исследованию влияния температуры и концентрации двух исходных компонентов А и Б в растворе на скорость протекания реакции между ними и выход продукта реакции В, результатом окислительного термолиза которого является заданный функциональный материал.

Требования к оформлению:

Объем РГЗ(З) 10–15 страниц машинописного текста формата А4. Шрифт Times New Roman, 12. Формулы и химические уравнения набираются в редакторе Word или Math Type. **Размещение сканированных формул не допускается. На допускаются рисунки от руки.** Нумерация страниц сквозная, в нижней части листа по центру арабскими цифрами. Работа должна быть отредактирована, не содержать орфографических, синтаксических и стилевых ошибок.

Отчет в установленные сроки сдается на кафедру для проверки. Преподаватель оценивает качество работы, отмечает положительные стороны и недостатки работы и определяет, допускается ли она к защите. При необходимости преподаватель возвращает РГЗ(Р) студенту для доработки и устанавливает сроки повторного предоставления для проверки. До защиты работы студентом должны быть сделаны необходимые исправления и дополнения по всем замечаниям преподавателя.

При положительном результате оценивания РГЗ(Р) студент её распечатывает, передает на кафедру и защищает до сессии в назначенное преподавателем время.

Защита РГЗ(Р) состоит в индивидуальном устном собеседовании студента с преподавателем. В процессе защиты выявляется уровень знаний студента, степень его самостоятельности при выполнении работы. По результатам защиты студенту выставляется оценка в соответствии с критериями, приведенными в п. 2 настоящего Паспорта.

2. Критерии оценки результатов обучения, соотнесенных с уровнями освоения индикаторов достижения компетенций

Каждое задание оценивается 5 баллами.

Общие правила выставления оценок текущей аттестации определяются балльно-рейтинговой системой, установленной локальным актом НГТУ.

РГЗ считается выполненной **на продвинутом** уровне, если интерпретация всех предлагаемых результатов инструментальных методов анализа материалов, представление результатов в графическом виде, планирование эксперимента произведены самостоятельно и без ошибок; все разделы РГЗ выполнены правильно и в полном объеме; работа оформлена в соответствии с требованиями; сдана преподавателю в указанные сроки и не возвращалась для доработки; даны полные и развернутые выводы и рекомендации; на защите студентом даны уверенные и аргументированные ответы. Совокупность запланированных результатов и соотнесенных с ними индикаторов достижения компетенций не содержит пробелов. Закрепленные за РГЗ компетенции сформированы на продвинутом уровне. Оценка составляет *от 13 до 15 баллов.*

РГЗ считается выполненной **на базовом** уровне, если интерпретация всех предлагаемых результатов инструментальных методов анализа материалов, представление результатов в графическом виде, планирование эксперимента произведены самостоятельно и без существенных ошибок; все разделы РГЗ выполнены правильно, но есть замечания к полноте предоставления информации; работа оформлена в соответствии с требованиями; сдана преподавателю в указанные сроки и однократно возвращалась студенту для незначительной доработки; в заключении даны выводы и рекомендации; на защите студентом допущены непринципиальные ошибки. Совокупность запланированных результатов и соотнесенных с ними индикаторов достижения

компетенций содержит несущественные пробелы. Закрепленные за РГЗ компетенции сформированы на базовом уровне. Оценка составляет *от 10 до 12 баллов.*

РГЗ считается выполненной **на пороговом** уровне, если интерпретация всех предлагаемых результатов инструментальных методов анализа материалов, представление результатов в графическом виде, планирование эксперимента произведены самостоятельно, но с ошибками, часть из которых носит принципиальный характер; есть замечания к полноте предоставления информации; работа оформлена в соответствии с требованиями; сдана преподавателю, но неоднократно возвращалась студенту для доработки; в заключении даны краткие выводы; защита РГЗ вызывает у студента серьезные затруднения. Совокупность запланированных результатов и соотнесенных с ними индикаторов достижения компетенций содержит существенные пробелы. Закрепленные за РГЗ компетенции сформированы на пороговом уровне. Оценка составляет *от 7 до 10 баллов.*

РГЗ считается **не выполненной**, если интерпретация всех предлагаемых результатов инструментальных методов анализа материалов, представление результатов в графическом виде, планирование эксперимента произведены с серьезными ошибками; есть замечания к полноте предоставления информации и оформлению; РГЗ была сдана преподавателю, но неоднократно возвращалась студенту для доработки, что не привело к улучшению ее качества; РГЗ(Р) не допущена до защиты, что свидетельствует о неудовлетворительном уровне достигнутых студентом результатов. Совокупность запланированных результатов и соотнесенных с ними индикаторов достижения компетенций содержит множественные существенные пробелы. Закрепленные за РГЗ компетенции не сформированы. Оценка составляет *менее 7 баллов*.

3. Шкала оценки

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

РГЗ(Р) как форма текущей аттестации (контроля) по дисциплине считается успешно выполненной, если сумма полученных баллов по всем его заданиям составляет от 7 до 15 баллов включительно.

4. Примерный перечень заданий для выполнения РГЗ

Задание № 1 соответствует темам, рассматриваемым в дидактической единице «Инструментальные методы исследования свойств материалов».

Задание 1. Из прекурсора (нерастворимая соль металла с дикарбоновой кислотой) путем окислительного термолиза получен оксид, применяемый в качестве функционального материала.

1) По представленным данным РФА проведите идентификацию прекурсора. Результат представьте в виде рисунка сравнения дифрактограммы прекурсора со штрих-спектром, смоделированным с использованием cif-файла соединения. Укажите номер карточки (ICDD). (Данные РФА предлагаются в виде x, y-файла, см. рис. 1).

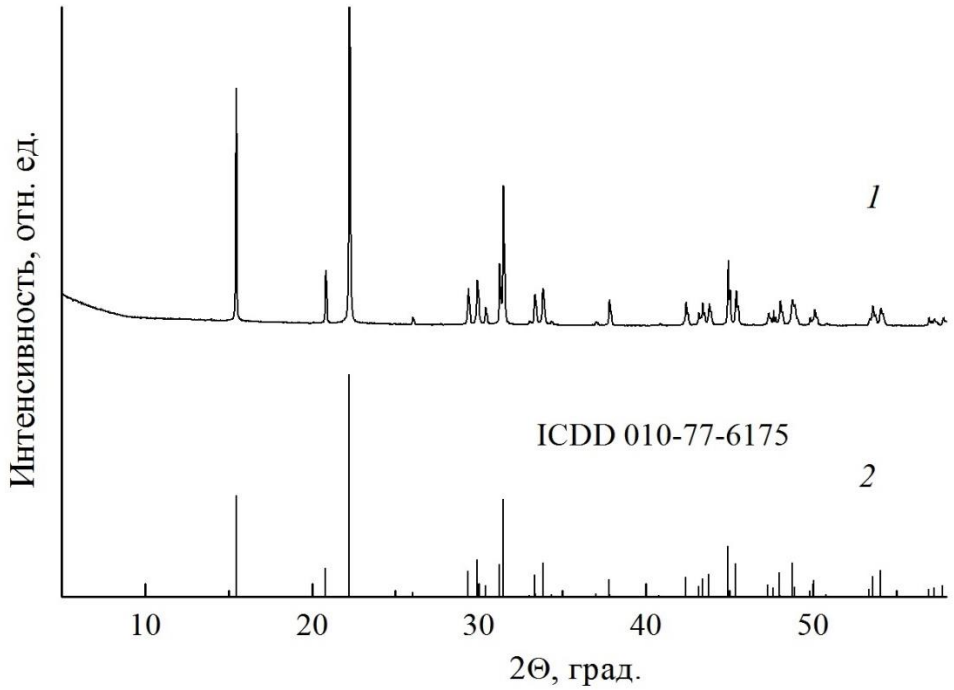

Рисунок 1 – Пример данных РФА для интерпретации и оформления задания

2) Используя данные ИК- и КР-спекроскопии, подтвердите состав предлагаемого соединения. Укажите характеристические полосы колебаний. (Данные ИК- и КР-спектроскопии предлагаются в виде x, y-файла, см. рис. 2).

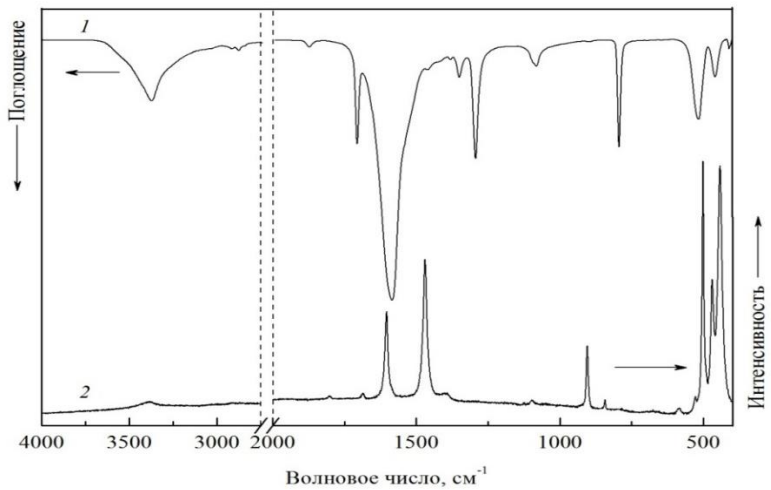

Рисунок 2 – Пример данных ИК- и КР-спектроскопии для интерпретации и оформления задания

3) Опишите данные термического анализа. Укажите, какие процессы соответствуют эффектам на кривой ДСК. (Данные термического анализа предлагаются в виде x, y-файла, см. рис. 3).

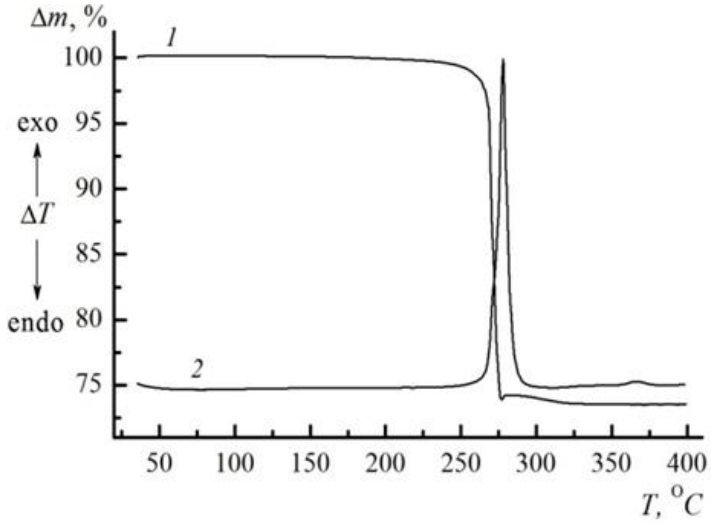

Рисунок 3 – Пример данных ТГ (1) и ДСК (2) для интерпретации и оформления задания

4) По представленным данным РФА проведите идентификацию продукта окислительного термолиза. Результат представьте в виде рисунка сравнения дифрактограммы прекурсора со штрих-спектром, смоделированным с использованием cif-файла соединения. Укажите номер карточки (ICDD). (Данные РФА предлагаются в виде x, y-файла, см. рис. 1).

Задания № 2, 3 соответствуют темам, рассматриваемым в дидактической единице «Методы исследования как инструмент научного поиска» и «Новые материалы и методы их синтеза».

Задание 2. В наукометрических и патентных базах данных проведите поиск патентов и научно-технической информации о способах синтеза прекурсора и его окислительного термолиза с получением функционального материала. Приведите список найденных статей и патентов. Определите оптимальные условия для окислительного термолиза прекурсора.

Задание № 3 соответствует темам, рассматриваемым в дидактической единице «Методы планирования и обработки результатов экспериментов».

Задание 3. Составьте план эксперимента получения предлагаемого прекурсора В путем смешения растворов двух исходных компонентов А и Б, с последующим его термическим отжигом с целью получения заданного функционального материала.