

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕДАГОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ТГПУ)

Утверждаю

Дырин В.А.
декан факультета
« 2 » 09 2011 года



РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ

М.2.В.06. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ СТРОЕНИЯ ВЕЩЕСТВ

Трудоёмкость (в зачетных единицах) – 3

Направление подготовки: 020100.68 Химия

Магистерская программа: Физическая химия

Квалификация (степень): магистр

1. Цель изучения дисциплины:

Изучение физических методов анализа прочно вошло в учебную работу многих вузов. Выполнение лабораторных работ с привлечением знаний из соответствующих разделов физики, химии, математической статистики способствует установлению предметных связей, развивает навыки самостоятельной работы студентов, позволяет построить работу таким образом, чтобы учебные задачи перерастали в курсовые и магистерскую работы. Данная дисциплина призвана вооружить студентов разнообразными методиками химического эксперимента, позволить приобрести опыт экспериментальной работы и реализовать теоретические знания на практике.

Задачи:

1. Изучить теоретические основы, особенности и области применения различных физических методов анализа.
2. Ознакомиться с устройством и принципами функционирования приборов, способами подготовки образцов к анализу и алгоритмами расшифровки сигналов.

2. Место учебной дисциплины в структуре основной образовательной программы.

Дисциплина «Физические методы изучения строения веществ» относится к вариативной (профильной) части профессионального цикла Основной образовательной программы. Она изучается на 2 курсе, для освоения дисциплины студенты используют знания, умения и виды деятельности, сформированные в процессе изучения химических дисциплин на предыдущих уровнях образования.

3. Требования к уровню освоения дисциплины.

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование и развитие **профессиональных компетенций:**

в научно-исследовательской деятельности:

- наличие представления о наиболее актуальных направлениях исследований в современной теоретической и экспериментальной химии (синтез и применение веществ в наноструктурных технологиях, исследования в экстремальных условиях, химия жизненных процессов, химия и экология и другие) (ПК -1),
- знание основных этапов и закономерностей развития химической науки, понимание объективной необходимости возникновения новых направлений, наличие представления о системе фундаментальных химических понятий и методологических аспектов химии, форм и методов научного познания, их роли в общеобразовательной профессиональной подготовке химиков (ПК -2),
- владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии (в соответствии с темой магистерской диссертации) (ПК -3),
- умение анализировать научную литературу с целью выбора направления исследования по предлагаемой научным руководителем теме и самостоятельно составлять план исследования (ПК -4),
- способность анализировать полученные результаты, делать необходимые выводы и формулировать предложения (ПК -5),
- наличие опыта профессионального участия в научных дискуссиях (ПК -6),
- умение представлять полученные результаты в виде отчетов и научных публикаций (стендовые доклады, рефераты и статьи в периодической научной печати) (ПК -7),

в организационно-управленческой деятельности:

- способность определять и анализировать проблемы, планировать стратегию их решения (ПК -10),

общекультурных компетенций:

- способность ориентироваться в условиях производственной деятельности и адаптироваться в новых условиях (ОК-1),
- умение принимать нестандартные решения (ОК-2),

- понимание философских концепций естествознания, роли естественных наук (химии в том числе) в выработке научного мировоззрения (ОК-4),
- владение современными компьютерными технологиями, применяемыми при обработке результатов научных экспериментов и сборе, обработке, хранении и передаче информации при проведении самостоятельных научных исследований (ОК-5),
- понимание принципов работы и умение работать на современной научной аппаратуре при проведении научных исследований (ОК-6).

В результате изучения дисциплины студент должен знать:

- теоретические основы физических методов анализа (ОК-4, ПК-1,),
- особенности физических методов анализа веществ (ПК-1, 2),
- области применения физических методов анализа (ПК-1, 2),
- способы отбора и подготовки пробы к анализу (ПК-3),
- методы статистической обработки результатов анализа (ОК-5, ПК-5, 7),
- основные положения техники безопасности при работе с неорганическими и органическими веществами (ПК-3);

уметь:

- доказательно обсуждать теоретические и практические проблемы физических методов анализа (ОК-4, ПК-1, 2, 6, 10),
- планировать и организовать эксперимент, самостоятельно проводить исследования (ОК-5, 6, ПК-3, 4, 5, 7, 10),
- использовать информационные технологии для решения научных и профессиональных задач (ОК-5),
- применять полученные знания и навыки при выполнении курсовых, магистерской работ, в педагогической и исследовательской деятельности (ОК-4-6, ПК-1-7, 10);

владеть:

- навыками обращения с аппаратурой (ОК-6),
- навыками выполнения различных химических операций (ОК-5, 6, ПК-3, 5),
- навыками математической обработки полученных результатов (ОК-5, ПК-5, 7).

4. Общая трудоемкость дисциплины __3__ зачетных единиц и виды учебной работы.

Вид учебной работы	Трудоемкость (в соответствии с учебным планом) (час)	Распределение по семестрам (в соответствии с учебным планом) (час)
	Всего - 108	3 семестр
Аудиторные занятия	40	40
Лекции	20	20
Практические занятия		
Семинары		
Лабораторные работы	20	20

Другие виды аудиторных работ: занятия в интерактивной форме	10	10
Другие виды работ:		
Самостоятельная работа	68	68
Курсовой проект (работа)		
Реферат		
Расчётно-графические работы		
Формы текущего контроля		тестирование
Формы промежуточной аттестации в соответствии с учебным планом		Зачет

5. Содержание учебной дисциплины.

5.1. Разделы учебной дисциплины.

№ п/п	Наименование раздела дисциплины (темы)	Аудиторные часы					Самостоятельная работа (час)
		всего	лекции	практические (семинары)	лабораторные	В т.ч. интерактивные формы обучения	
1	Спектроскопические методы		12		12	4	22
2	Масс-спектрометрия		2			2	12
3	Термические методы анализа		2			2	12
4	Ядерно-физические методы		2			2	12
5	Анализ конкретных объектов		2		8		10
	Итого:	40/1,11	20		20	10/25%	68

5.2. Содержание разделов дисциплины:

5.2.1. Спектроскопические методы. Общие положения. Классификация спектроскопических методов. Атомная спектроскопия. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Атомно-флуоресцентная спектроскопия. Рентгеновская спектроскопия. Рентгеноэмиссионный анализ. Рентгенофлуоресцентный анализ (РФЛА). Рентгеновская флуоресценция, обозначение рентгеновских линий. Аппаратура, используемая в РФЛА. Энергодисперсионные и волновые (последовательные и многоканальные) спектрометры. Детекторы рентгеновского излучения. Способы рентгено-флуоресцентного анализа. Качественный анализ, сигнатурный анализ, количественный анализ, способы учета матричного эффекта, внутренний и внешний стандарт. Области использования и преимущества РФЛА. Электронная спектроскопия. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС). Основное уравнение фотоэффекта. Вид фотоэлектронного спектра, обозначение линий. Возможности метода РФЭС, глубина анализа. Химический сдвиг, идентификация функциональных групп и электронных состояний. Оже-эффект, Оже-электронная спектроскопия. Устройство спектрометра, подготовка образцов для исследования. Интерпретация спектров. Сканирующая электронная микроскопия. Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа. Просвечивающая электронная

микроскопия. Устройство просвечивающего электронного микроскопа. Регистрация электронов и изображения. Подготовка образцов для ПЭМ. Абсорбционная молекулярная спектроскопия в УФ- и видимой областях. Законы светопоглощения. Аппаратура метода. Качественный и количественный анализ. Инфракрасная спектроскопия и спектроскопия комбинационного рассеяния. Происхождение ИК- и КР-спектров. Аппаратура метода. Структурно-групповой анализ. Количественный анализ органических соединений. Молекулярная люминесценция. Типы люминесценции. Основные закономерности люминесценции. Тушение люминесценции. Техника молекулярного люминесцентного анализа. Практическое применение. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса. Физические принципы, оборудование, применение. Спектроскопия электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). Теоретические основы метода. Приложение спектроскопии ЭПР.

5.2.2. *Масс-спектрометрия.* Сущность метода. Способы ионизации атомов и молекул. Типы масс-спектрометров. Качественный и количественный анализ. Хромато-масс-спектрометрия. Практическое применение.

5.2.3. *Термические методы анализа.* Термогравиметрический анализ (ТГА). Дифференциальный термический анализ (ДТА). Принцип работы дериватографа. Практическое применение методов термического анализа.

5.2.4. *Ядерно-физические методы.* Типы радиоактивных превращений. Регистрация излучений. Радиоаквационный анализ. Методы изотопного разбавления. Радиометрические методы. Мессбауэровская спектроскопия.

5.2.5. *Анализ конкретных объектов.* Выбор метода и схемы анализа. Металлы и сплавы. Высокочистые вещества. Геологические объекты. Объекты окружающей среды. Органические и биологические объекты. Наноматериалы.

5.3. Лабораторный практикум.

№ п/п	№ раздела дисциплины	Наименование лабораторных работ
1	5.2.1	Освоение методики расшифровки спектров рентгеновской флуоресценции. Определение состава металлического сплава.
2	5.2.1	Освоение методики расшифровки спектров рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Определение состава поверхности наноструктурированных катализаторов
3	5.2.1	Подготовка образца для исследования методом ПЭМ
4	5.2.1	Обработка и интерпретация данных ПЭМ (определение размера частиц, зерен, электронографический анализ). Интерпретация микродифракционных картин ПЭМ.
5	5.2.1	Сравнительная характеристика фотометрических методов определения железа с применением сульфосалициловой кислоты и тиоцианата калия.
6	5.2.1	Спектрофотометрическое определение хрома и марганца при совместном присутствии.
7	5.2.5	Спектрофотометрическое определение железа в минеральных удобрениях.
8	5.2.5	Спектрофотометрический анализ силикатных материалов.

6. Учебно-методическое обеспечение дисциплины.

6.1. Основная литература по дисциплине:

1. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т. Т.1: Учебник для вузов / Ю. М. Глубоков, В. А. Головачева, В. И. Дворкин [и др.]; под ред. А. А. Ищенко.- М.: Академия, 2010.- 351 с.

2. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: Учебник для вузов: в 2 т., Т. 2. / Н. В. Алов, И. А. Василенко, М. А. Гольдштрах [и др.]; под ред. А. А. Ищенко.- М.: Академия, 2010.- 411 с.
3. Пентин Ю.А., Вилков Л.В. Физические методы исследования в химии, М.: Мир «ООО Издательство АСТ», 2003. 683 с.

6.2. Дополнительная литература:

1. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: МИСИС, 2002. 360 с.
2. Карасек Ф., Клемент Р. Введение в хромато-масс-спектрометрию. М.: Мир, 1993.
3. М. М. Криштал, И.С. Ясников, В.И. Полунин, А.М. Филатов, А.Г. Ульянчиков Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ Москва: Техносфера 2009. – 208 с.
4. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа: Учебник для вузов / Н.В. Алов, Ю.А. Барбалат, А.В. Гармаш [и др.]; под ред. Ю.А.Золотова. М.: Высшая школа, 2004. 503 с.
5. Д. Синдо, Т. Оикава. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия Техносфера, 2006 г. 256 с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа. М.: Мир, 1989. 608 с.
7. Топор Н.Д., Огородова Л.П., Мельчакова Л.В. Термический анализ минералов и неорганических соединений. . М.: МГУ, 1987.
8. Шестак Я. Теория термического анализа. Физико-химические свойства твердых неорганических веществ. М.: Мир, 1987.

6.3. Средства обеспечения освоения дисциплины:

Контролирующая программа по физическим методам изучения строения веществ (электронный вариант).

- <http://top.msu.ru> - каталог научно-образовательных программ МГУ. Программы курсов по химии. Лекции по химии,
- <http://www.chem.msu.su/> - портал химического образования России. Российский химический журнал,
- <http://www.chem.km.ru/> - мир химии,
- <http://rushim.ru/books/books.htm> - электронная библиотека по химии,
- <http://www.chemport.ru> - химический портал ChemPort. ru. Литература по химии,
- <http://www.rushim.ru> – электронные учебники,
- <http://orgchemlab.com/index.php/> - видео - колоночная, тонкослойная хроматография, экстракция, физико-химические методы исследования: спектроскопия ЯМР, масс-спектрометрия, ИК- спектроскопия, высокоэффективная хроматография.
- <http://www.libguides.ucsd.edu/content.php> - видео - приемы пробоподготовки, титрование, экстракция, хроматография, спектроскопия.
- <http://www.wonderhowto.com/> -видео - приемы пробоподготовки, экстракция, хроматография, ИК-спектроскопия.

6.4. Материально-техническое обеспечение дисциплины.

Проведение лабораторных работ осуществляется в специализированной лаборатории «Большая химическая лаборатория».

№п/п	Наименование раздела (темы) учебной	Наименование материалов обучения,	Наименование технических и аудиовизуальных средств,
------	-------------------------------------	-----------------------------------	---

	дисциплины (модуля)	пакетов программного обеспечения	используемых с целью демонстрации материалов
1	5.2.1	Мультимедийные материалы	Компьютер, проектор, учебно-лабораторный комплекс «Химия», спектрофотометр КФК-6, аналитические весы, химическая посуда, реактивы
2	5.2.5	Мультимедийные материалы	Компьютер, проектор, учебно-лабораторный комплекс «Химия», спектрофотометр КФК-6, аналитические весы, химическая посуда, реактивы

7. Методические рекомендации по организации изучения дисциплины:

7.1. Методические рекомендации преподавателю:

Знания, даваемые дисциплиной «Физические методы изучения строения веществ», являются неотъемлемой частью базы, необходимой любому грамотному специалисту-химику. Теоретические знания, полученные из лекционного курса, закрепляются на лабораторных занятиях, на которых также вырабатываются практические умения обращения с химическим оборудованием, выполнение необходимых расчетов.

Промежуточные срезы знаний проводятся после изучения основным тем курса письменно (контрольные работы и (или) тестирование), устно (коллоквиумы), а также при сдаче лабораторной работы преподавателю. Тестирование проводится в компьютерном классе с использованием специальной программы. Задания для тестирования находятся на сайте ТГПУ. Тестирование студенты могут осуществлять в свободном доступе в качестве самостоятельной подготовки как по отдельным темам, так и по дисциплине в целом. В течение всего обучения студенты выполняют индивидуальные задания, включающие теоретические вопросы и задачи, разработанные преподавателем по всем изучаемым темам курса, могут выполнять курсовую работу или рефераты. Изучение курса заканчивается итоговым зачетом.

7.2. Методические указания для студентов:

Курс «Физические методы изучения строения веществ» магистры изучают в 3 семестре. Перед началом семестра студент должен ознакомиться с разделами изучаемой дисциплины и их содержанием, получить перечень вопросов, выносимых на самостоятельную работу и на экзамен. Студент должен быть знаком с требованиями к уровню освоения дисциплины, формами текущего, промежуточного и итогового контроля. После изучения каждого раздела дисциплины студент должен сдать коллоквиум, индивидуальное задание, пройти тестирование и сдать преподавателю лабораторную работу.

8. Формы текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации обучающихся.

8.1. Тематика рефератов (докладов, эссе):

1. Устройства для детектирования рентгеновского излучения.
2. Энергоанализаторы электронов.
3. Электронная микроскопия полимеров. Трудности и способы их преодоления.
4. Аппаратура для получения высокого вакуума.

5. Техника безопасности при работе с рентгеновским излучением.
6. Фотоэффект и его использование для анализа состава поверхностей.
7. Неразрушающие методы анализа.

8.2. Вопросы и задания для самостоятельной работы, в том числе групповой самостоятельной работы обучающихся:

1. Техника безопасности при выполнении лабораторных работ.
2. Классификация спектроскопических методов анализа в зависимости от энергии электромагнитного излучения.
3. Природа электромагнитного излучения.
4. Происхождение атомных спектров.
5. Происхождение молекулярных спектров.
6. Фотокolorиметрия и спектрофотометрия. Принципиальные схемы установок.
7. Процессы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом.
8. Физические принципы ядерного магнитного резонанса.
9. Физические принципы ЭПР.
10. Принцип работы дериватографа.
11. Области применения масс-спектрометрического анализа.
12. Источники нейтронов в нейтронно-активационном анализе.
13. Эффект Мессбауэра.

8.3. Вопросы для самопроверки, диалогов, обсуждений, дискуссий, экспертиз:

1. Виды физических воздействий на вещество и функции отклика.
2. Спектральные приборы и характеристики их основных узлов.
3. Автоматизация и компьютеризация анализа.
4. Детекторы рентгеновского излучения.
5. Области использования и преимущества РФЛА.
6. Области использования и преимущества Оже-электронной спектроскопии.
7. Отличия в устройстве просвечивающего электронного микроскопа по сравнению со сканирующим.
8. Сходство и различие в методах ДТА и ДТГ.

8.4. Примеры тестов:

1. Время жизни атома в возбужденном состоянии:
1) 10^{-8} с 2) 10^5 с 3) 10^{-2} с
2. Последние линии большинства элементов расположены в
1) Видимая область спектра 2) Ультрафиолетовая область спектра
3) Инфракрасная область спектра
3. Точность эмиссионного спектрального анализа:
1) 1 – 2% 2) 5-7% 3) 20-30%

4. При спектрофотометрическом определении никеля в виде соединения с диметилглиоксимом ($\lambda = 470$ нм) для раствора с концентрацией никеля 0,025 мг/50 мл оптическая плотность равна 0,324. Толщина слоя в кювете 2 см. Относительная атомная масса никеля 58,7. Значение кажущегося молярного коэффициента светопоглощения:

- 1) $1,3 \cdot 10^{-2}$ 2) $1,9 \cdot 10^4$ 3) $2,5 \cdot 10^6$

5. Фотоэффект – это:

- 1) эмиссия фотона под воздействием электронного пучка
2) эмиссия электрона под воздействием рентгеновского излучения
3) детектирование фотонов путем засвечивания фотопленки

6. Наилучшее разрешение в СЭМ возможно в потоке:

- 1) вторичных электронов 2) обратно отраженных электронов
3) рентгеновских квантов

7. Спектр в атомно-эмиссионном спектральном анализе:

- 1) линейчатый 2) полосатый 3) сплошной

8.5. Перечень вопросов для промежуточной аттестации (к зачету):

1. Природа электромагнитного излучения.
2. Происхождение атомных спектров.
3. Происхождение молекулярных спектров.
4. Классификация спектроскопических методов анализа.
5. Атомно-эмиссионный спектральный анализ. Уравнение Ломакина-Шайбе. Источники возбуждения спектров. Диспергирующие элементы. Приемники света. Способы регистрации спектров.
6. Качественный, полуколичественный и количественный атомно-эмиссионный спектральный анализ.
7. Эмиссионная фотометрия пламени. Процессы в пламени. Пламенные фотометры. Способы определения концентрации. Факторы, влияющие на аналитический сигнал (помехи).
8. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Источники излучения в методе ААС. Схема прибора для ААС. Способы определения концентрации. Процессы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом.
9. Генерация рентгеновского излучения.
10. Устройство рентгеновской трубки.
11. Устройства для детектирования рентгеновского излучения.
12. Закон Мозли.
13. Фотоэффект.
14. Рентгенофлуоресцентный анализ (РФЛА).
15. Области использования и преимущества РФЛА.
16. Возможности метода РФЭС.
17. Оже-эффект, Оже-электронная спектроскопия.
18. Сканирующая электронная микроскопия.
19. Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа.
20. Просвечивающая электронная микроскопия.
21. Устройство просвечивающего электронного микроскопа.
22. Фотометрические методы анализа (фотоколориметрия и спектрофотометрия).
23. Закон светопоглощения Бугера-Ламберта-Бера. Причины отклонения от закона.
24. Оптическая плотность, пропускание, молярный коэффициент поглощения.

25. Зависимость оптической плотности от различных факторов.
26. Выбор спектральной области для фотометрических измерений. Светофильтры.
27. Метрологические характеристики фотометрического анализа.
28. Абсолютные фотометрические методы определения веществ.
29. Происхождение ИК- и КР-спектров.
30. Типы люминесценции.
31. Основные закономерности люминесценции.
32. Тушение люминесценции.
33. Молекулярный люминесцентный анализ.
34. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса.
35. Спектроскопия электронного парамагнитного резонанса (ЭПР).
36. Сущность масс-спектрометрического метода анализа.
37. Способы ионизации атомов и молекул в масс-спектрометрическом методе анализа.
38. Достоинства и возможности масс-спектрометрии.
39. Термогравиметрия.
40. Термический и дифференциальный термический анализ.
41. Радиоактивационный анализ.
42. Методы изотопного разбавления.
43. Эффект Мессбауэра.
44. Особенности анализа металлов и сплавов, высокочистых веществ, геологических объектов, объектов окружающей среды, органических и биологических объектов, наноматериалов.

8.6. Темы для написания курсовой работы (представляются на выбор обучающегося, если предусмотрено рабочим планом):

1. Физические методы анализа наноматериалов.
2. Использование рентгеновского излучения для анализа состава и структуры веществ.
3. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ.
4. Атомно-флуоресцентный анализ.

8.7. Формы контроля самостоятельной работы: Формами контроля самостоятельной работы студентов являются коллоквиумы, индивидуальные задания, промежуточное тестирование, подготовка и выступление с докладами.

Рабочая программа учебной дисциплины составлена в соответствии с учебным планом, федеральным государственным образовательным стандартом высшего профессионального образования по направлению подготовки 020100.68 Химия. Магистерская программа: Физическая химия
(указывается код и наименование направления подготовки)

Рабочая программа учебной дисциплины составлена:
к.х.н., доцент кафедры неорганической химии Е.П. Князева Князева Е.П.

Рабочая программа учебной дисциплины утверждена на заседании кафедры неорганической химии
протокол № 1 от 30.08 2011 года.

Зав. кафедрой С.В. Ковалева Ковалева С.В..
(подпись)

Рабочая программа учебной дисциплины одобрена методической комиссией биолого-химического факультета
протокол № 7 от 2.09 2011 года.

Председатель методической комиссии Е.П. Князева Князева Е.П.
(подпись)

Лист внесения изменений

В программе учебной дисциплины М.2.В.06 ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ СТРОЕНИЯ ВЕЩЕСТВ изменений и дополнений нет.

Программа переутверждена на заседании кафедры неорганической химии №_1_ от «_30_»_____08_____2012 года.

Заведующий кафедрой неорганической химии СН- С.В. Ковалева