

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского»**

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО
решением Ученого совета ННГУ
протокол № 6 от 31.05.2023 г.

Рабочая программа дисциплины

Методы исследования высокочистых веществ и материалов

Уровень высшего образования
Магистратура

Направление подготовки / специальность
04.04.01 - Химия

Направленность образовательной программы
Неорганическая химия

Форма обучения
очная, очно-заочная

г. Нижний Новгород

2023 год начала подготовки

1. Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина Б1.В.03.ДВ.02.02 Методы исследования высокочистых веществ и материалов относится к части, формируемой участниками образовательных отношений образовательной программы.

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями и индикаторами достижения компетенций)

Формируемые компетенции (код, содержание компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), в соответствии с индикатором достижения компетенции		Наименование оценочного средства	
	Индикатор достижения компетенции (код, содержание индикатора)	Результаты обучения по дисциплине	Для текущего контроля успеваемости	Для промежуточной аттестации
ПК-1-н: Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии и/или смежных с химией науках	ПК-1-н-1: Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий. ПК-1-н-2: Выбирает экспериментальные и расчетнотеоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов	ПК-1-н-1: Уметь составлять общий план исследования и детальные планы отдельных стадий. Знать основные принципы составления общего плана исследования и детальных планов отдельных стадий. Владеть приемами составления общего плана исследования и детальных планов отдельных стадий. ПК-1-н-2: Уметь выбирать экспериментальные и расчетнотеоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов Знать основные принципы и методологию выбора экспериментальных и расчетнотеоретических методов решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов Владеть приемами выбора экспериментальных и расчетнотеоретических методов решения	Дискуссия	Зачёт: Контрольные вопросы

		поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов		
ПК-2-н: Способен проводить информационные исследования в выбранной области химии, химической технологии и/или смежных с химией науках	ПК-2-н-1: Проводит поиск специализированной информации в информационных базах данных ПК-2-н-2: Анализирует и обобщает результаты информационного поиска по тематике проекта в области неорганической химии и/или смежных с химией науках	ПК-2-н-1: Знать основные приемы поиска специализированной информации в информационных базах данных Уметь выполнять поиск специализированной информации в информационных базах данных Владеть техникой поиска специализированной информации в информационных базах данных ПК-2-н-2: Знать основные приемы анализа и обобщения результатов информационного поиска по тематике проекта в области неорганической химии и/или смежных с химией науках Уметь анализировать и обобщать результаты информационного поиска по тематике проекта в области неорганической химии и/или смежных с химией науках Владеть методологией анализа и обобщения результатов информационного поиска по тематике проекта в области неорганической химии и/или смежных с химией науках	Дискуссия	Зачёт: Контрольные вопросы

3. Структура и содержание дисциплины

3.1 Трудоемкость дисциплины

	очная	очно-заочная
--	-------	--------------

Общая трудоемкость, з.е.	3	3
Часов по учебному плану	108	108
в том числе		
аудиторные занятия (контактная работа):		
- занятия лекционного типа	32	36
- занятия семинарского типа (практические занятия / лабораторные работы)	32	36
- КСР	1	1
самостоятельная работа	43	35
Промежуточная аттестация	0 зачёт	0 зачёт

3.2. Содержание дисциплины

(структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий)

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины	Всего (часы)		в том числе								
			Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них						Самостоятельная работа обучающегося, часы		
			Занятия лекционного типа		Занятия семинарского типа (практические занятия/лабораторные работы), часы		Всего				
	о ф о	о з ф о	о ф о	о з ф о	о ф о	о з ф о	о ф о	о з ф о	о ф о	о з ф о	
Тема 1. Введение. Высокочистые вещества и материалы на их основе как объект анализа. Аддитивная структура свойств твердотельных веществ. Роль химической, фазовой и изотопной чистоты в формировании свойств функциональных материалов. Методы установления базовых примесей чувствительных свойств веществ – термические, электрофизические, оптические	7	17	2	6	2	6	4	12	3	5	
Тема 2. Определение содержания химических, изотопных и фазовых примесей в веществах различных классов. Общая характеристика и классификация методов анализа	20	18	6	6	6	6	12	12	8	6	
Тема 3. Масспектрометрия. Классификация методов масспектрометрии. Аппаратурное и методическое оформление. Определение химических и изотопных примесей методами масспектрометрии и хромато-масспектрометрии.	20	18	6	6	6	6	12	12	8	6	
Тема 4. Атомноспектральный анализ высокочистых веществ и материалов. Общие физические принципы. Атомноэмиссионный и атомноабсорбционный анализ. Аппаратурное и методическое оформление. Методики анализа отдельных объектов.	20	18	6	6	6	6	12	12	8	6	
Тема 5. Методы разделения и концентрирования элементов. Удаление матрицы и выделение микрокомпонентов. Количественные характеристики концентрирования. Методы концентрирования.	20	18	6	6	6	6	12	12	8	6	
Тема 6. Оптические методы анализа. Методы исследования оптических материалов. ИК спектроскопия. Определение содержания газообразующих примесей в стеклах и кристаллах. Определение фазовых микро- и нановключений методом лазерной ультрамикроскопии.	20	18	6	6	6	6	12	12	8	6	
Аттестация	0	0									
КСР	1	1						1	1		
Итого	108	108	32	36	32	36	65	73	43	35	

4. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

-

5. Фонд оценочных средств для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)

5.1 Типовые задания, необходимые для оценки результатов обучения при проведении текущего контроля успеваемости с указанием критериев их оценивания:

5.1.1 Типовые задания (оценочное средство - Дискуссия) для оценки сформированности компетенции ПК-1-н

1. Перечислите виды аналитических задач.
2. По каким признакам классифицируют методы исследования высокочистых веществ ?
3. Принцип разделения ионов в масс-спектрометрии.
4. Охарактеризуйте основные функциональные узлы масс-спектрометра.
5. Как производится напуск вещества в масс-спектрометр?
6. Чем отличаются абсорбционный и эмиссионный спектральный анализ?
7. Какими способами получают излучение заданной длины волны в спектральных приборах?
8. Чем отличается индивидуальное и групповое разделение?
9. Приведите пример удаления матрицы для концентрирования микрокомпонента.
10. Охарактеризуйте физические основы определения микровключений методом лазерной ультрамикроскопии

5.1.2 Типовые задания (оценочное средство - Дискуссия) для оценки сформированности компетенции ПК-2-н

1. Какими способами выражают примесный состав высокочистого вещества?
2. Приведите пример индивидуальной и обобщенной характеристики примесного состава.
3. Сформулируйте основной закон светопоглощения.
4. Что называется коэффициентом поглощения и в каких единицах он измеряется?
5. Как выделить потери излучения при отражении поверхностью образца из суммарного поглощения?
6. На каком принципе основано концентрирование примесей осаждением?
7. На каком принципе основано концентрирование примесей соосаждением?
8. На каком принципе основано концентрирование примесей экстракцией?
9. На каком принципе основано концентрирование примесей отгонкой основы?
10. На каком принципе основано концентрирование примесей сублимацией?

Критерии оценивания (оценочное средство - Дискуссия)

Оценка	Критерии оценивания
зачтено	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько ошибок
не зачтено	Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки.

5.2. Описание шкал оценивания результатов обучения по дисциплине при промежуточной аттестации

Шкала оценивания сформированности компетенций

Уровень сформированности компетенций (индикатора достижения компетенций)	плохо	неудовлетворительно	удовлетворительно	хорошо	очень хорошо	отлично	превосходно
	не зачтено		зачтено				
<u>Знания</u>	Отсутствие знаний теоретического материала. Невозможность оценить полноту знаний вследствие отказа обучающегося от ответа	Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки	Минимально допустимый уровень знаний. Допущено много негрубых ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько негрубых ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько несущественных ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Ошибок нет.	Уровень знаний в объеме, превышающем программу подготовки.
<u>Умения</u>	Отсутствие минимальных умений. Невозможность оценить наличие умений вследствие отказа обучающегося от ответа	При решении стандартных задач не продемонстрированы основные умения. Имели место грубые ошибки	Продemonстрированы основные умения. Решены типовые задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания, но не в полном объеме	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с отдельными несущественными недочетами, выполнены все задания в полном объеме	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания, в полном объеме без недочетов
<u>Навыки</u>	Отсутствие базовых навыков. Невозможность оценить наличие навыков вследствие отказа обучающегося от ответа	При решении стандартных задач не продемонстрированы базовые навыки. Имели место грубые ошибки	Имеется минимальный набор навыков для решения стандартных задач с некоторыми недочетами	Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач с некоторыми недочетами	Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач без ошибок и недочетов	Продemonстрированы навыки при решении нестандартных задач без ошибок и недочетов	Продemonстрирован творческий подход к решению нестандартных задач

Шкала оценивания при промежуточной аттестации

Оценка		Уровень подготовки
зачтено	превосходно	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «превосходно», продемонстрированы знания, умения,

		владения по соответствующим компетенциям на уровне выше предусмотренного программой
	отлично	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «отлично».
	очень хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «очень хорошо»
	хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «хорошо».
	удовлетворительно	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «удовлетворительно», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «удовлетворительно»
не зачтено	неудовлетворительно	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно».
	плохо	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «плохо»

5.3 Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения на промежуточной аттестации

5.3.1 Типовые задания, выносимые на промежуточную аттестацию:

Оценочное средство - Контрольные вопросы

Зачёт

Критерии оценивания (Контрольные вопросы - Зачёт)

Оценка	Критерии оценивания
зачтено	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько ошибок
не зачтено	Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки.

Типовые задания (Контрольные вопросы - Зачёт) для оценки сформированности компетенции ПК-1-н (Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии и/или смежных с химией науках)

1. Вид аналитической задачи. Качественный анализ. Количественный анализ. Структурный анализ. Распределительный анализ. Производственный анализ. Процесс анализа. Пробоотбор, пробоподготовка, измерение, обработка результатов.
2. Классификация методов анализа. Методы разделения и концентрирования. Инструментальный анализ.
3. Спектроскопические методы анализа - методы, основанные на взаимодействии вещества с электромагнитным излучением. Ядернофизические методы анализа.

4. Масс-спектрометрия. Потенциал ионизации. Ионные источники, применяемые в масс-спектрометрии. Газовые источники. Источники для анализа твердых веществ. Масс-спектрометрические детекторы. Характеристики масс-спектрометров.
5. Общие физические принципы масс-спектрометрии. Структура масспектрометра. Система напуска. Источники ионизации. Масс-анализаторы. Секторный магнитный анализатор. Масс-спектрометры с двойной фокусировкой с квадрупольными масс-анализаторами. Времяпролетные масс-анализаторы.
6. Химико-спектральные методы. Основные спектральные методы определения элементного состава вещества. Типы спектров. Особенности спектров в атомной абсорбции, атомной эмиссии и атомной флуоресценции.
7. Атомно-эмиссионный анализ. Основные этапы атомно-эмиссионного анализа . Источники излучения.
8. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Сущность метода. Количественный анализ. Источники первичного излучения. Атомизаторы. Монохроматоры. Методы коррекции фонового поглощения в атомноабсорбционной спектроскопии.
9. Разделение и концентрирование. Количественные характеристики концентрирования. Методы концентрирования. Метод осаждения. Метод соосаждения. Метод экстракции. Дистилляция, сублимация и родственные методы.
10. Индивидуальное и групповое концентрирование. Абсолютное и относительное концентрирование. Удаление матрицы и выделение микрокомпонентов. Методы концентрирования. Селективное растворение Сорбционные методы. Электрохимические методы. Кристаллизационные методы Фильтрация. Диффузия и термодиффузия.
11. Оптическая спектроскопия. Спектры пропускания и поглощения. Обнаружение и количественное определение поглощающих примесей методами оптической спектроскопии.
12. Определение фазовых микро- и нановключений методом лазерной ультрамикроскопии.

Типовые задания (Контрольные вопросы - Зачёт) для оценки сформированности компетенции ПК-2-н (Способен проводить информационные исследования в выбранной области химии, химической технологии и/или смежных с химией науках)

1. Высокочистые вещества как объект анализа. Обобщенные характеристики примесного состава.
2. Распределение примесей по устойчивым группам. Оценка суммарного содержания примесей. Специфика анализа высокочистых веществ.
3. Общие физические принципы масс-спектрометрии. Структура масспектрометра. Система напуска. Источники ионизации. Масс-анализаторы. Секторный магнитный анализатор. Масс-спектрометры с двойной фокусировкой с квадрупольными масс-анализаторами. Времяпролетные масс-анализаторы.
4. Оптические методы анализа. Основной закон светопоглощения. Коэффициент поглощения. Потери при отражении от поверхности образца. Преобразование Фурье в оптической спектроскопии.
5. Оптические методы анализа. Принцип метода и техника измерений.
6. Разделение и концентрирование. Количественные характеристики концентрирования. Методы концентрирования. Метод осаждения. Метод соосаждения. Метод экстракции. Дистилляция, сублимация и родственные методы

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля)

Основная литература:

1. Основы аналитической химии : [учеб. для вузов] : в 2 кн. Кн. 2 : Методы химического анализа / под ред. Ю. А. Золотова. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высшая школа, 2002. - 494 с. : ил. - ISBN 5-06-003559-X (кн. 2). - ISBN 5-06-003560-3 : 130.00., 47 экз.
2. Отто М. Современные методы аналитической химии : в 2 т. Т. 1 / пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. - М. : Техносфера, 2003. - 416 с. : ил. - (Мир химии). - ISBN 5-94836-014-8. - ISBN 3-527-29840-1 : 270.00., 6 экз.

3. Девярых Г. Г. Выставка-коллекция веществ особой чистоты / [Отв. ред. Г. Г. Девярых]. - М. : Наука, 2003. - 236 с. : ил., 1 л. портр. - ISBN 5-02-006483-1 : 30.00., 2 экз.

Дополнительная литература:

1. Агафонов Игорь Леонидович. Масс-спектрометрический анализ газов и паров особой чистоты / АН СССР, Ин-т химии (г. Горький). - М. : Наука, 1980. - 334 с., 1 л. диагр. : ил. - 3.60., 10 экз.
2. Лебедев Альберт Тарасович. Масс-спектрометрия в органической химии : учеб. пособие для вузов, обучающихся по специальности "Органическая химия". - М. : Бином. Лаборатория знаний, 2003. - 493 с. : ил. - (Методы в химии). - ISBN 5-94774-052-4 : 150.00., 2 экз.
3. Лосев Николай Фомич. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. - М. : Химия, 1982. - 207 с. : ил. - (Методы аналитической химии). - 2.10., 3 экз.

Программное обеспечение и Интернет-ресурсы (в соответствии с содержанием дисциплины):

Не используется

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля)

Учебные аудитории для проведения учебных занятий, предусмотренных образовательной программой, оснащены мультимедийным оборудованием (проектор, экран), техническими средствами обучения.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечены доступом в электронную информационно-образовательную среду.

Программа составлена в соответствии с требованиями ОС ННГУ по направлению 04.04.01 - Химия.

Автор(ы): Пермин Дмитрий Алексеевич, кандидат химических наук.

Заведующий кафедрой: Пермин Дмитрий Алексеевич, кандидат химических наук.

Программа одобрена на заседании методической комиссии от 25.05.2023 г., протокол № 7.