

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«ТЮМЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»



УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор

А.В. Толстикова

29 марта 2022 г.

ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Рабочая программа

для обучающихся по научной специальности 1.4.1. Неорганическая химия
форма обучения (очная)

Монина Л.Н., Андреев О.В. Термический анализ. Рабочая программа для обучающихся по научной специальности 1.4.1. Неорганическая химия, форма обучения (очная). Тюмень, 2022.

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями ФГТ к структуре программ подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре (адъюнктуре), условиям их реализации, срокам освоения этих программ с учетом различных форм обучения, образовательных технологий и особенностей отдельных категорий аспирантов (адъюнктов). Приказ Министерства науки и высшего образования Российской Федерации от 20 октября 2021 г. № 951.

Рабочая программа дисциплины «Термический анализ» опубликована на сайте ТюмГУ: [электронный ресурс] / Режим доступа: <https://www.utmn.ru/sveden/education/#>.

1. Цели и задачи освоения дисциплины (модуля)

Термический анализ и в 21 веке продолжает оставаться одним из главнейших методов физико-химического анализа. Лаборатории по исследованию минерального состава природных объектов, строительных материалов оснащены современной аппаратурой для проведения термического анализа. Термический анализ, наряду с рентгенофазовым, широко используется в НИИ и научных центрах по изучению зерна. При построении фазовых диаграмм термический анализ является одним из основных.

Целью изучения дисциплины «Термический анализ» является применение данных термического анализа к изучению различных объектов.

Задачи:

- формирование системы понятий, используемых в термическом анализе;
- понимание важности и возможностей термического анализа;
- применять данные термического анализа к изучению фазовых равновесий и построению фазовых диаграмм;
- освоение теории термического анализа;
- детальное изучение аппаратуры для проведения термического анализа;
- подбор условий съемки термических зависимостей различных объектов

У аспирантов формируется система знаний по дисциплине и ее основных разделов:

1. Терминология термического анализа. Датчики температуры.
2. Виды термического анализа: прямой, дифференциальный, визуальный, синхронный, сканирующая калориметрия.
3. Установки термического анализа. Виды регистраций тепловых эффектов и их графическое представление. Математическое описание термической и дифференциально-термической зависимостей.
4. Калибровка прибора. Реперные вещества.
5. Термический анализ модельной системы эвтектического типа. Участки термических зависимостей, начало, окончание плавление, температура ликвидуса и солидуса, нонвариантное плавление.
6. Теплота фазовых превращений, ее определение и физический смысл.
7. Современная аппаратура для проведения термического анализа, приборная база термического анализа кафедры.
8. Области применения термического анализа.

2. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения данной дисциплины (модуля)

Компетенции, формируемые в процессе освоения дисциплины:

ПК-2 - способность использовать современную научную аппаратуру и методы, необходимые при выполнении научных исследований в области неорганической химии; проводить синтез и анализ различных объектов неорганической химии, соединений, материалов; выявлять взаимосвязи между составом, строением и свойствами неорганических соединений.

В результате освоения дисциплины **обучающийся должен:**

Знать все основные понятия, сведения по темам дисциплины, сущность метода термического анализа, области применения, современные исследования, использующие термический анализ; основные части аппаратуры для проведения термического анализа, отличия приборов разных производителей; особенности пробоподготовки образцов к термическому анализу.

Уметь критически систематизировать литературные данные по термическому анализу; подбирать условия проведения термического анализа легкоплавких и тугоплавких образцов; сопоставлять данные термического анализа с данными других методов физико-химического анализа; составлять план проведения термического исследования двух-, трехкомпонентных систем; обобщать результаты термических исследований; выявлять отличие и закономерности

в характере, температуре, теплоте фазовых превращений на примере изучения сульфидных, фторидных оксидных систем ns²-, 3d-, 4f-элементов, представлять их в виде публикаций, презентаций на научных семинарах кафедры.

Владеть навыками работы на оборудовании: синхронного термического анализа «STA 449 F3 Jupiter», дифференциальной сканирующей калориметрии «Setsys Evolution 1750 (TGA – DSC 1600)», дифференциального термического анализа ДТА -1, визуального политермического анализа; методикой обработки экспериментальных термических данных, используя программный комплекс «Proteus-6», «Setsoft Software 2000», «Thermogram Analyser»; спецификой пробоподготовки образцов для различных термических установок.

3. Структура и объем дисциплины

Таблица 1

Вид учебной работы	Всего часов (академические часы)	Часов в семестре (академические часы)
		4 семестр
Общий объем	3	3
зач. ед. час	108	108
Из них:		
Часы аудиторной работы (всего):	22	22
Лекции	12	12
Практические занятия	10	10
Лабораторные / практические занятия по подгруппам	-	-
Часы внеаудиторной работы, включая самостоятельную работу обучающегося	50	50
Вид промежуточной аттестации - дифференцированный зачет	36	Дифференцированный зачет 36

4. Система оценивания

По окончании изучения курса обучающийся сдает дифференцированный зачет, который является обязательным для всех. Оценивание по 5-балльной шкале. Зачет сдается в устном формате.

5. Содержание дисциплины

5.1. Тематический план дисциплины

Таблица 2

№ п/п	Наименование тем и/или разделов	Объем дисциплины (модуля), час.				
		Всего	Виды аудиторной работы (академические часы)			Иные виды контактной работы
			Лекции	Практические занятия	Лабораторные / практические занятия по подгруппам	
1	2	3	4	5	6	7
1.	История вопроса. Датчики. Виды термического анализа	2	2	0	0	0
2.	Математическое описание термической и дифференциальной термической зависимостей	2	2	0	0	0

3.	Теория термического анализа	2	2	0	0	0
4.	Термический анализ бинарных систем	4	2	2	0	0
5.	Определение теплот фазовых превращений	4	2	2	0	0
6.	Области применения термического анализа	2	0	2	0	0
7.	Аппаратура для проведения термического анализа	4	2	2	0	0
8.	Пробоподготовка к термическому анализу	2	0	2	0	0
9.	Дифференцированный зачет	36	0	0	0	36
	Итого (часов)	58	12	10	0	36

5.2. Содержание дисциплины (модуля) по темам

Основные разделы:

1. История вопроса. Датчики. Виды термического анализа

История становления и развития термического анализа. Терминология термического анализа, предложенная международной организацией по термическому анализу (ICTA). Формулировки основных понятий в термическом анализе. Виды датчиков температуры. Объёмные датчики - термометры. Термопреобразователи сопротивления - терморезисторы. Термоэлектрические преобразователи термопары. Виды термопар. Оптические датчики температуры. Виды термического анализа: прямой термический анализ, дифференциальный термический, дифференциально-сканирующая калориметрия. Температурная и дифференциальная термопары. Электронная регистрация сигналов. Математические методы преобразований сигналов и виды графического представления результатов. Физический смысл характерных точек дифференциальных термических зависимостей. Влияние различных факторов на температурные характеристики термических зависимостей. Различие удельной теплопроводности образца и эталона. Различие в теплоемкости образца и эталона. Масса образца и его форма. Скорость нагрева. Влияние примесей.

2. Математическое описание термической и дифференциальной термической зависимостей

Уравнение теплообмена между пробой и окружающей средой. Численные методы решения уравнений теплопередачи. Характер тепловыделений во времени и вид пика теплового эффекта. Проявление теплового эффекта на термической и дифференциальной термической зависимостях. Математическое описание пика от начала его проявления до точки максимума, от точки максимума до точки окончания. Идентифицирование слабых тепловых эффектов на термической зависимости.

3. Теория термического анализа

Простейшая модель термоаналитической ячейки. Ячейка с одним термоизоляционным слоем. Универсальная модель термоаналитической ячейки. Участок кривой ДТА, соответствующий фазовому превращению. Квазистационарный участок кривой ДТА. Уравнение движения фронта превращения. Продолжительность процесса фазового превращения. Высота пика. Конечный участок термического эффекта. Площадь пика.

4. Термический анализ бинарных систем

Виды термических и дифференциальных термических зависимостей для модельной фазовой диаграммы эвтектического типа с образованием и без образования ограниченных твердых растворов на основе компонентов. Степень свободы фазового превращения и вид пика теплового эффекта. Методы определения температур эвтектики и температуры ликвидуса. Аппроксимация результатов экспериментов. Термический анализ систем с эвтектоидным превращением.

5. Определение теплот фазовых превращений

Характеристики прибора, тигли, выбор массы пробы для определений. Объект исследований и выбор реперов. Градуировка прибора по теплотам фазовых превращений. Уравнение аппроксимации. Выбор условий проведения экспериментов по определению теплот фазовых превращений. Применение треугольника Таммана для определения теплоты фазового превращения в системе.

6. Области применения термического анализа

Области применения ДТА и ДСК: металлургия, строительные материалы, лекарственные вещества и фармацевтическая продукция, полимерные материалы, неорганические системы, научные исследования. Области применения дилатометрии.

7. Аппаратура для проведения термического анализа

Оборудование фирмы Netzsch. Дифференциальные сканирующие калориметры. Термогравиметрические анализаторы. Динамический механический анализатор. Оборудование фирмы Mettler Toledo. Дифференциальный сканирующий калориметр Термогравиметрический анализатор Термомеханический анализатор. Динамический механический анализатор Оборудование для термоанализа компании TA Instruments. Дифференциальный сканирующий калориметр Q-серии. Термогравиметрический анализатор Q-серии. Оборудование фирмы SETARAM Instrumentation. Дифференциальные сканирующие калориметры. Термогравиметрические анализаторы. Термомеханический анализатор. Дилатометрия.

8. Пробоподготовка к термическому анализу

Последовательность выполнения термических исследований. Пробоподготовка образцов. Условия съемки термических зависимостей

Тематика практических занятий:

1. Термический анализ бинарных систем.

На семинарском занятии подробно рассматриваются вопросы проведения термического анализа различного типа бинарных систем - с образованием неограниченных твердых растворов, эвтектического и перитектического типа, с эвтектоидным взаимодействием.

2. Определение теплот фазовых превращений.

Анализ термических зависимостей и определение теплот фазовых превращений. Анализ статей, в которых определялись теплоты фазовых превращений.

3. Области применения термического анализа.

Исследования минерального состава кернового материала. Анализ статей по тематике исследования минералов.

4. Аппаратура для проведения термического анализа.

Применение термического анализа к объектам различной природы. Особенности материала термопары для разных целей и различных производителей.

5. Пробоподготовка к термическому анализу.

Этапы проведения калибровки прибора. Выбор реперов. Построение градуировочной зависимости.

6. Учебно-методическое обеспечение и планирование самостоятельной работы обучающихся

Таблица 3

№ темы	Темы	Формы СРС, включая требования к подготовке к занятиям
1.	История вопроса. Датчики. Виды термического анализа	Проработка лекций, чтение обязательной и дополнительной литературы. Подготовка к практическим занятиям, устному опросу.
2.	Математическое описание термической и дифференциальной термической зависимостей	
3.	Теория термического анализа	
4.	Термический анализ бинарных систем	
5.	Определение теплот фазовых превращений	

6.	Области применения термического анализа	Работа в библиографических базах данных, подбор к семинару 2-3 статей по тематике занятия.
7.	Аппаратура для проведения термического анализа	
8.	Пробоподготовка к термическому анализу	
9.	Дифференцированный зачет	Устное собеседование по вопросам билета

7. Промежуточная аттестация по дисциплине (модулю)

7.1 Оценочные материалы для проведения промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)

По дисциплине предусмотрен дифференцированный зачет. Оценивание по 5-балльной шкале. Зачет сдается в устном формате. Зачетное занятие является обязательным для всех.

В билете:

- 3 теоретических вопроса, максимум за ответ на каждый вопрос - 1 балл;
- анализ 2-х любых выбранных статьи из базы WoS, Scopus, e-library по тематике применения термического анализа для определения термических характеристик, фазового состава различных объектов и при построении фазовых диаграмм (отличаются от статей, разобранных на практических занятиях. Максимум за анализ каждой статьи - 1 балл.

Время на подготовку ответа - не более 40 минут. Процедура проведения зачета предусматривает дополнительные вопросы, ответы на которые обучающийся дает без времени на подготовку.

Вопросы к дифференцированному зачету (формируют 1-3 вопросы билета):

1. История становления и развития термического анализа.
2. Терминология термического анализа, предложенная международной организацией по термическому анализу (ICTA).
3. Формулировки основных понятий в термическом анализе.
4. Виды датчиков температуры.
5. Термоэлектрические преобразователи - термопары. Виды термопар.
6. Виды термического анализа: прямой термический анализ, дифференциально-термический, дифференциально-сканирующая калориметрия.
7. Температурная и дифференциальная термопары. Электронная регистрация сигналов.
8. Математические методы преобразований сигналов и виды графического представления результатов.
9. Физический смысл характерных точек дифференциально термических зависимостей.
10. Факторы, влияющие на вид дифференциально-термической зависимости.
11. Рекомендации по выбору градуировочных реперов и их масс.
12. Методика калибровки приборов.
13. Методы определения температур фазовых превращений.
14. Модели термоаналитической ячейки.
15. Характеристики пика дифференциально-термической зависимости.
16. Виды термических и дифференциально-термических зависимостей для модельной фазовой диаграммы эвтектического типа.
17. Степень свободы фазового превращения и вид пика теплового эффекта.
18. Методы определения температур эвтектики и температуры ликвидуса.
19. Характеристики прибора, тиглей, выбор массы пробы для определений.
20. Градуировка прибора по теплотам фазовых превращений.
21. Выбор условий проведения экспериментов по определению теплот фазовых превращений.
22. Применение треугольника Таммана для определения теплоты фазового превращения в системе.
23. Виды оборудования фирмы Netzsch.
24. Дифференциальные сканирующие калориметры Netzsch.

25. Виды оборудования фирмы Mettler Toledo.
26. Виды оборудования фирмы TA Instruments.
27. Виды оборудования фирмы SETARAM Instrumentation.
28. Области применения ДТА, ТГ, ДСК, дилатометрии.
29. Термический анализ объектов строительной индустрии
30. Термический анализ минералов
31. Особенности термического анализа жидкостей.
32. Термический анализ и построение фазовых диаграмм.

Критерии оценки результатов дифференцированного зачета

Оценка «отлично» ставится при соблюдении следующих условий:

- даны исчерпывающие ответы на все вопросы билета;
- грамотное и правильное использование в ответах химической и общенаучной терминологии;
- безошибочное знание фактического материала;
- умение связать ответ на вопрос с темой диссертационного исследования;
- логичность, связность ответа.

Оценка «хорошо» ставится если в ответе на все вопросы присутствуют:

- отдельные ошибки при изложении фактического материала;
- неполнота изложения вопросов билета.

Или полный ответ, с соблюдением критериев для оценки «отлично», дан на 3 вопроса билета

Оценка «удовлетворительно» ставится, если в ответах на все вопросы билета присутствуют:

- недостаточное использование в ответах химической и общенаучной терминологии;
- недостаточное владение категориальным аппаратом науки;
- ошибки при изложении фактического материала;
- поверхностные знания в рамках вопросов билета;
- нарушение логичности и связности ответа.

Или полный ответ, с соблюдением критериев для оценки «отлично», дан на 2 вопроса билета.

Оценка «неудовлетворительно» ставится за отсутствие ответов на вопросы билета, фрагментарность знаний по тематикам дисциплины.

Анализ статьи включает определение актуальности работы, используемый понятийный аппарат, новизна исследования, используемые методики эксперимента, объяснение полученных авторами результатов, основные выводы и варианты дальнейшей проработки темы.

8. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

8.1 Основная литература:

1. Андреев, О. В. Материаловедение: учебное пособие [Электронный ресурс] / О. В. Андреев, А. А. Вакулин, К. В. Киселева; Тюм. гос. ун-т, Тюм. гос. ун-т, фил. в г. Сургуте. – Электрон. текстовые дан. – Тюмень: Изд-во ТюмГУ, 2013. - 632 с. Режим доступа : <http://tmnlib.ru/ebook/book/55/> (дата обращения 15.03.2022 г.)
2. Фазовые равновесия в системах сульфидов 3d-, 4f-элементов : монография / О. В. Андреев, В. Г. Бамбуров, Л. Н. Моница [и др.]. — Тюмень : ТюмГУ, 2015. — 312 с. — ISBN 978-5-7691-2429-7. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/109678> (дата обращения: 15.03.2022).
3. Русейкина, Анна Валерьевна. Физико-химический анализ систем Cu₂S-EuS-Ln₂S₃, структура и свойства EuLnCuS₃: учебное пособие / А. В. Русейкина, О. В. Андреев; М-во образования и науки РФ, Тюм. гос. ун-т, Ин-т химии. — Тюмень: Изд-во Тюм. гос. ун-та, 2016. — 2-Лицензионный договор № 472/2017-05-02. — Доступ по паролю из сети Интернет (чтение). — URL:https://library.utmn.ru/dl/PPS/Rusejkina_Andreev_472_UP_2016.pdf (дата обращения: 15.03.2022)

8.2 Дополнительная литература:

1. Термический анализ (теория и практика) : учебное пособие / С. И. Нифталиев, И. В. Кузнецова, Л. В. Лыгина, И. А. Саранов. — Воронеж : Воронежский государственный университет инженерных технологий, 2018. — 56 с. — ISBN 978-5-00032-370-0. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <http://www.iprbookshop.ru/88455.html> . — Режим доступа: для авторизир. Пользователей (дата обращения: 15.03.2022)
2. Павличенко, Л. А. Термический анализ двухкомпонентных систем : учебно-методическое пособие / Л. А. Павличенко, Г. В. Булидорова, Ю. Г. Галяметдинов. — Казань : Казанский национальный исследовательский технологический университет, 2013. — 104 с. — ISBN 978-5-7882-1379-8. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <http://www.iprbookshop.ru/62306.html> (дата обращения: 15.03.2022). — Режим доступа: для авторизир. пользователей
3. Термический анализ в изучении полимеров : учебное пособие / О. Т. Шипина, В. К. Мингазова, В. А. Петров, А. В. Косточко. — Казань : Казанский национальный исследовательский технологический университет, 2014. — 99 с. — ISBN 978-5-7882-1538-9. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <http://www.iprbookshop.ru/62010.html> (дата обращения: 15.03.2022). — Режим доступа: для авторизир. пользователей
4. Русейкина А.В. Термический анализ сульфидных систем: лабораторный практикум/ А. В. Русейкина, О. В. Андреев; Тюм. гос. ун-т, Ин-т физики и химии. - Тюмень: Изд-во ТюмГУ, 2014. - 84 с.
5. Соловьёва, А. В. Закономерности фазовых равновесий в системах $A^{II}S - FeS$, $A^{II}S - FeS - Ln_2S_3$, $A^{II}S - Cu_2S - Ln_2S_3$ ($A^{II} = Mg, Sr, Ba$; $Ln = La - Lu$) [Электронный ресурс]: автореф. дис. ... канд. хим. наук : 02.00.04 : защищена 11.05.2012/ А. В. Соловьёва ; науч. рук. О. В. Андреев; Тюм. гос. ун-т. - Защищена 11.05.2012. - Тюмень, 2012. - 22 с. - Режим доступа : <http://tmnlib.ru/jirbis/files/upload/abstract/02.00.04/3882.pdf> (дата обращения 15.03.2022 г.).
6. Андреев, О.В. Термический анализ: Учебное пособие / О.В. Андреев, А.В. Русейкина. – Тюмень. Издательство Тюменского государственного университета. 2008. - 184 с.
7. Русейкина, А.В. Дифференциальный термический анализ и калориметрия: Лабораторный практикум / О.В. Андреев, А.В. Русейкина. – Тюмень. Издательство Тюменского государственного университета. 2008. - 124 с.
8. Кертман, А. В. Сульфидные и фторсульфидные ИК-материалы [Электронный ресурс]: моногр./ А. В. Кертман; Тюм. гос. ун-т. - Тюмень: Изд-во ТюмГУ, 2010. - 156 с. - Режим доступа: http://www.izdatelstvo.utmn.ru/catalog.php?section=show_book&page=00000136. (дата обращения 15.03.2022 г.).
9. Вакулин А.А. Материаловедение и технология конструкционных материалов / А. А. Вакулин, О. В. Андреев. - Тюмень: Изд-во ТюмГУ. - Ч. 1: Металловедение. - 2007. - 222 с.
10. Оленников, Е. А. Комплекс программ регистрации и обработки экспериментальных данных термического анализа. Информационная система "Диаграммы состояния двухкомпонентных систем": автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.13.18/ Е. А. Оленников. - Тюмень: Изд-во ТюмГУ, 2003. - 28 с.
11. Андреев, О. В. Материаловедение: учебное пособие/ О. В. Андреев, А. А. Вакулин. - Тюмень: Изд-во ТюмГУ, 2011. - 456 с.

8.3 Интернет-ресурсы:

Библиотека ТюмГУ: URL: <http://www.tmnlib.ru/jirbis/>
 eLIBRARY – Научная электронная библиотека URL: <http://www.elibrary.ru/>
 Базы библиографических данных URL: <http://www.scopus.com/>

9. Лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение, в том числе отечественного производства

MS Office, платформа для электронного обучения Microsoft Teams.

10. Технические средства и материально-техническое обеспечение дисциплины

Мультимедийная учебная аудитория для проведения занятий лекционного типа оснащена следующими техническими средствами обучения и оборудованием: учебная мебель, доска аудиторная, мультимедийное проекционное и акустическое оборудование, персональный компьютер.

Мультимедийная учебная аудитория для проведения занятий семинарского типа оснащена следующими техническими средствами обучения и оборудованием: учебная мебель, доска аудиторная, мультимедийное проекционное и акустическое оборудование, персональный компьютер.

Аудитория для самостоятельной работы оснащена следующими техническими средствами обучения и оборудованием: учебная мебель, доска аудиторная, мультимедийное проекционное и акустическое оборудование, персональные компьютеры.

11. Средства адаптации преподавания дисциплины (модуля) к потребностям лиц с ограниченными возможностями

В случае необходимости, обучающимся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья (по заявлению обучающегося) могут предлагаться одни из следующих вариантов восприятия информации с учетом их индивидуальных психофизических особенностей, в том числе с применением электронного обучения и дистанционных технологий:

- для лиц с нарушениями зрения: в печатной форме увеличенным шрифтом; в форме электронного документа; в форме аудиофайла (перевод учебных материалов в аудиоформат); индивидуальные задания и консультации.

- для лиц с нарушениями слуха: в печатной форме; в форме электронного документа; индивидуальные задания и консультации.

- для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата: в печатной форме; в форме электронного документа; в форме аудиофайла; индивидуальные задания и консультации.

12. Методические рекомендации обучающимся по выполнению самостоятельной работы

Самостоятельная работа включает проработку лекций, чтение обязательной и дополнительной литературы, работу с базами библиографических данных, поиск статей по тематике практических занятий, подготовка к экзамену в форме устного собеседования.

При подготовке к экзамену рекомендуется актуализация и анализ содержания материала лекционных и практических занятий; чтение обязательной и дополнительной литературы; самостоятельный поиск информации по отдельным вопросам с использованием наукометрических баз данных.