

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

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор

А.В. Толстиков

2022 г.



ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ В НЕФТЕХИМИИ
Рабочая программа
для обучающихся по научной специальности 1.4.12. Нефтехимия
форма обучения (очная)

Кремлева Т.А. Инструментальные методы исследования в нефтехимии. Рабочая программа для обучающихся по научной специальности 1.4.12. Нефтехимия, форма обучения (очная). Тюмень, 2022.

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями ФГТ к структуре программ подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре, утверждены приказом Министерства науки и высшего образования РФ от 20 октября 2021 г., № 951.

Рабочая программа дисциплины Инструментальные методы исследования в нефтехимии опубликована на сайте ТюмГУ: [электронный ресурс] / Режим доступа: <https://www.utmn.ru/sveden/education/#>.

1. Цели и задачи освоения дисциплины

Цель дисциплины: освоение современных инструментальных методов исследования, применяющихся в нефтехимии и необходимых для эффективного освоения основной профессиональной образовательной программы послевузовского профессионального образования (аспирантура) по научной специальности 1.4.12. Нефтехимия и подготовки кандидатской диссертации

Задачи дисциплины: освоение аспирантами следующих вопросов:

- теоретические основы инструментальных методов (структурные модели органических молекул, взаимодействие вещества с излучением);
- спектральные методы в нефтехимии;
- хроматографические методы в нефтехимии.

2. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения данной дисциплины

ПК-14 – способность использовать современную научную аппаратуру и методы, используемые при выполнении научных исследований в области нефтехимии (элементный анализ, газовая и жидкостная хроматография, ИК-, УФ-, ЯМР-спектроскопия и масс-спектрометрия, каталитические установки, методы математического моделирования и статистической обработки данных).

По окончании курса обучающийся должен:

Знать: теоретические основы спектральных и хроматографических методов исследования; структурные модели органических молекул.

Уметь: собирать и анализировать научную, технологическую и статистическую информацию; планировать экспериментальные научные исследования в области нефтехимии, обрабатывать экспериментальные данные, подготавливать к публикации статьи и тезисы докладов.

Владеть: современными методами экспериментальных исследований в области нефтехимии, методами математической статистики и математического моделирования, информационными технологиями, в т.ч. методами работы с компьютером и электронными базами данных.

3. Структура и объем дисциплины

Таблица 1

Вид учебной работы	Всего часов (академические часы)	Часов в семестре (академические часы)
		4
Общий объем зач. ед. час	3	3
	108	108
Из них:		
Часы аудиторной работы (всего):	22	22
Лекции	12	12
Практические занятия	10	10
Лабораторные / практические занятия по подгруппам	0	0
Часы внеаудиторной работы, включая самостоятельную работу обучающегося	50	50

Вид промежуточной аттестации (диф. зачет, кандидатский экзамен, экзамен)	36	Дифференцированный зачет 36
--	----	--------------------------------

4. Система оценивания

Критерии оценивания работы обучающихся:

- 1) Качество освоения учебного материала (умение аспиранта использовать теоретические знания при выполнении практических задач);
- 2) Проработанность всех аспектов задания, оформление материала в соответствии с требованиями, соблюдение установленных сроков представления работы на проверку;
- 3) Степень самостоятельности, творческой активности, инициативности аспирантов, наличие элементов новизны в процессе выполнения заданий.

Для получения зачета обучающиеся должны освоить теоретические основы инструментальных методов исследования и иметь представление о практической работе на современном спектроскопическом и хроматографическом оборудовании. Зачет может быть выставлен преподавателем по итогам работы в семестре или по результатам сдачи устно, по билету. В билете два вопроса.

Оценка *«отлично»* за зачет выставляется обучающемуся, который дает полный, развернутый ответ на все поставленные вопросы, раскрывает основные положения темы; показывает умение выделить существенные и несущественные признаки, причинно-следственные связи; в ответе прослеживается четкая структура, логическая последовательность, отражающая сущность раскрываемых понятий, теорий, явлений; ответ излагается литературным языком в научных терминах. В ответе должна быть отражена сущность метода анализа, аппарата, особенности применения.

Оценка *«хорошо»* выставляется обучающемуся, который дает верный ответ на поставленные вопросы, раскрывает основные положения темы; показывает умение выделить существенные и несущественные признаки, причинно-следственные связи; однако, в ответе не прослеживается четкая структура, логическая последовательность, ответ излагается недостаточно грамотно.

Оценка *«удовлетворительно»* выставляется обучающемуся, который дает не полный ответ на поставленные вопросы, раскрывает не все основные положения темы; в ответе не прослеживается четкая структура, логическая последовательность, ответ излагается недостаточно грамотно.

Оценка *«не удовлетворительно»* выставляется обучающемуся, который дает неполный ответ, представляющий собой разрозненные знания по теме вопроса с существенными ошибками в определениях; в ответе присутствует фрагментарность, нелогичность изложения; обучающийся не осознает связь данного понятия, теории, явления с другими объектами дисциплины; отсутствуют выводы, конкретизация и доказательность изложения; речь неграмотная; дополнительные и уточняющие вопросы преподавателя не приводят к коррекции ответа обучающегося не только на поставленный вопрос, но и на другие вопросы дисциплины, либо обучающийся отказывается от ответа.

5. Содержание дисциплины

5.1. Тематический план дисциплины

Таблица 2

№	Тематика учебных встреч	Объем дисциплины (модуля), час.				
		Всего	Виды аудиторной работы (в ак.час.)			Иные виды контактной работы
			Лекции	Практические занятия	Лабораторные / практические занятия по подгруппам	
1	2	3	4	5	6	7
	Инструментальные методы исследования в нефтехимии	58	12	10	0	36
1	Теоретические основы инструментальных методов	4	2	2	0	0
2	Спектральные методы в нефтехимии	8	4	4	0	0
3	Хроматографические методы в нефтехимии	10	6	4	0	0
4	Консультация перед зачетом	2	0	0	0	2
5	Дифференцированный зачет по дисциплине "Инструментальные методы исследования в нефтехимии"	34	0	0	0	34
	Итого (ак.часов)	58	12	10	0	36

5.2. Содержание дисциплины (модуля) по темам

Планы лекционных и практических занятий

Тема 1. Теоретические основы инструментальных методов

Основы учения о строении молекул. Стационарные состояния: электронные, колебательные, вращательные, ядерные спиновые. Квантовые переходы между стационарными состояниями, вероятности и правила отбора. Типы молекулярных спектров: электронные, колебательно-вращательные, ЯМР, фотоэлектронные. Методы регистрации и обработки спектров. Качественный, количественный и структурный спектральный анализ.

Адсорбционные характеристики органических молекул. Хроматограмма и ее характеристики, методы регистрации и обработки. Время удерживания и индексы удерживания, их связь со строением молекул сорбата и сорбента. Основные методики хроматографического анализа. Качественный, количественный и структурный хроматографический анализ.

Тема 2. Спектральные методы в нефтехимии

Идентификация органических соединений спектральными методами: использование УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии. Связь спектра с природой исследуемого вещества. Возможности и ограничения.

Количественное определение органических соединений нефти и нефтепродуктов спектральными методами. Чувствительность, селективность и точность анализа. Специфика методики анализа в экологическом мониторинге.

Структурный спектральный анализ. Определение структурных фрагментов молекулы (радикалы, функциональные группы, тип скелета, кратные связи и т.д.).

Использование спектральных методов для исследования структуры катализаторов нефтехимических реакций.

Использование спектральных методов для исследования механизмов нефтехимических реакций.

Тема 3. Хроматографические методы в нефтехимии

Идентификация органических соединений хроматографическими методами: использование ГЖХ- и ВЭЖХ-методов. Методы повышения качества хроматограммы, подбор детекторов, колонок, неподвижных фаз, элюентов, температурных режимов. Возможности и ограничения.

Количественное определение органических соединений нефти и нефтепродуктов хроматографическими методами. Чувствительность, селективность и точность анализа. Специфика методики анализа в экологическом мониторинге.

Структурный хроматографический анализ. Индексы удерживания, их связь со строением молекул. Определение структурных фрагментов молекулы (радикалы, функциональные группы, тип скелета, кратные связи и т.д.).

6. Учебно-методическое обеспечение и планирование самостоятельной работы обучающихся

Таблица 3

№ темы	Темы	Формы СРС, включая требования к подготовке к занятиям
1	Теоретические основы инструментальных методов	Работа с литературой, источниками, подготовка к опросу
2	Спектральные методы в нефтехимии	Работа с литературой, источниками, подготовка к опросу
3	Хроматографические методы в нефтехимии	Работа с литературой, источниками, подготовка к опросу, тестам

Чтение обязательной и дополнительной литературы, предусмотренной рабочей программой дисциплины. Контроль – на практическом занятии в устной или письменной форме при обсуждении теоретических вопросов.

Проработка лекций предполагает присутствие обучаемого на лекционных занятиях и конспектирование материала, подготовка презентаций усвоенного лекционного материала. Контроль – на практическом занятии в устной или письменной форме при обсуждении теоретических вопросов.

Критерии оценки самостоятельной работы аспирантов:

1) качество освоения учебного материала (умение использовать теоретические знания при выполнении практических задач);

2) проработанность всех аспектов задания, оформление материала в соответствии с требованиями, соблюдение установленных сроков представления работы на проверку;

3) степень самостоятельности, творческой активности, инициативности аспирантов, наличие элементов новизны в процессе выполнения заданий.

7. Промежуточная аттестация по дисциплине (модулю)

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

Форма проведения промежуточной аттестации – дифференцированный зачет. Для получения зачета обучающиеся должны освоить теоретический материал, подготовить и защитить рефераты по заданной теме.

Виды и характеристика оценочных средств

Устный опрос проводится по теоретическому материалу на практических занятиях. Может проводиться в форме индивидуального собеседования или собеседования в малых группах по вопросам.

Реферат представляет собой краткое изложение содержания научных трудов, литературы по определенной научной теме, материалов правоприменительной практики. Объем реферата может достигать 10-15 стр.; время, отводимое на его подготовку – от 2 недель до месяца. Подготовка реферата подразумевает самостоятельное изучение аспирантом нескольких литературных источников (монографий, научных статей и т.д.) по темам, не рассматриваемым подробно на практическом занятии, систематизацию материала и краткое его изложение. Цель написания реферата – привитие аспиранту навыков краткого и лаконичного представления собранных материалов и фактов в соответствии с требованиями, предъявляемыми к научным отчетам, обзорам и статьям. За время изучения курса аспирант представляет один реферат по предлагаемой теме (из примерного перечня) или формулирует тему самостоятельно, при одобрении темы преподавателем. Контроль – представление реферата.

Зачет проводится в форме собеседования по заранее определенным вопросам. Собеседование имеет целью выявление уровня освоения дисциплины, характеризующего знания обучающегося в соответствии с определенными компетенциями.

Оценочное средство 1. Устный опрос

Проводится по теоретическому материалу на практических занятиях. Для подготовки необходимо проработать лекцию и прочитать рекомендуемую литературу по теме. Устный опрос может проводиться в форме индивидуального собеседования или собеседования в малых группах по вопросам.

Примерная тематика рефератов и опросов

1. Электронные переходы в органических молекулах
2. Колебательно-вращательные переходы в органических молекулах
3. Спиновые ядерные переходы в органических молекулах
4. Адсорбционные свойства органических молекул
5. Методы математической обработки молекулярных спектров
6. Методы математической обработки хроматограмм
7. Методы исследования катализаторов
8. Методы исследования механизмов нефтехимических реакций
9. Современные спектральные и хроматографические приборы

Перечень контрольных вопросов для зачета

1. Стационарные состояния атомов и молекул: электронные, колебательные, вращательные, ядерные спиновые. Квантовые переходы между стационарными состояниями, вероятности и правила отбора.

2. Типы молекулярных спектров: электронные, колебательно-вращательные, ЯМР, фотоэлектронные. Методы регистрации и обработки спектров. Качественный, количественный и структурный спектральный анализ.

3. Адсорбционные характеристики органических молекул. Хроматограмма и ее характеристики, методы регистрации и обработки. Время удерживания и индексы удерживания, их связь со строением молекул сорбата и сорбента.

4. Основные методики хроматографического анализа. Качественный, количественный и структурный хроматографический анализ.

5. Идентификация органических соединений спектральными методами: использование УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии. Связь спектра с природой исследуемого вещества. Возможности и ограничения.

6. Количественное определение органических соединений нефти и нефтепродуктов спектральными методами. Чувствительность, селективность и точность анализа. Специфика методики анализа в экологическом мониторинге.

7. Структурный спектральный анализ. Определение структурных фрагментов молекулы (радикалы, функциональные группы, тип скелета, кратные связи и т.д.).

8. Использование спектральных методов для исследования структуры катализаторов нефтехимических реакций.

9. Использование спектральных методов для исследования механизмов нефтехимических реакций.

10. Идентификация органических соединений хроматографическими методами: использование ГЖХ- и ВЭЖХ-методов. Методы повышения качества хроматограммы, подбор детекторов, колонок, неподвижных фаз, элюентов, температурных режимов. Возможности и ограничения.

11. Количественное определение органических соединений нефти и нефтепродуктов хроматографическими методами. Чувствительность, селективность и точность анализа. Специфика методики анализа в экологическом мониторинге.

12. Структурный хроматографический анализ. Индексы удерживания, их связь со строением молекул. Определение структурных фрагментов молекулы (радикалы, функциональные группы, тип скелета, кратные связи и т.д.).

Примерные тесты и вопросы для самоконтроля

Спектральные методы:

1. Какие признаки положены в основу деления шкалы электромагнитных волн на диапазоны и каковы особенности оптического диапазона?

2. Как связано волновое число с длиной волны ?

1) $\nu = \lambda$; 2) $\Delta\nu = -\Delta\lambda/\lambda^2$; 3) $\nu = c/\lambda$; 4) $\nu = 1/\lambda$.

3. Наибольшая энергия требуется:

1) для возбуждения электронов;

2) для возбуждения колебаний атомов в молекуле;

3) для возбуждения вращений молекулы;

4) для переориентации спинов ядер.

4. Каково соотношение между энергиями электронных E_e , колебательных E_v и вращательных E_r состояний молекулы?

1) $E_e > E_v > E_r$; 2) $E_v > E_r > E_e$; 3) $E_r > E_e > E_v$; 4) $E_r > E_v > E_e$.

5. При рассмотрении спектров какого типа необходимо учитывать принцип Франка-Кондона?

1) ИК-. 2) вращательных. 3) КР-. 4) электронных.

6. В каких областях спектра наблюдаются электронно-колебательно-вращательные, колебательно-вращательные и вращательные спектры?

7. В каких областях спектра проявляются переходы между электронными, колебательными и вращательными состояниями молекул ?

- 1) Колебательные — в ИК-области, вращательные — в УФ-области, электронные — в микроволновой.
- 2) Колебательные — в микроволновой, электронные — в УФ-области, вращательные — в ИК-области.
- 3) Колебательные — в ИК-области, вращательные — в микроволновой, электронные — в УФ-области.
- 4) Колебательные — в УФ-области, электронные — в ИК-области, вращательные — в микроволновой.

8. Методы анализа, основанные на измерении поглощенного образцом света, называются :

- 1) радиометрией ;
- 2) абсорбциометрией ;
- 3) флюориметрией ;
- 4) турбидиметрией.

Хроматографические методы:

1. Для какой цели проводят кондиционирование хроматографических колонок? Почему эту процедуру проводят без подключения колонки к детектору?
2. Какое отношение диаметра колонки и размера зерен сорбента является оптимальным для насадочных колонок?
3. Если объем колонки составляет 45 мл, какой объем насадки нужно взять для заполнения колонки?
4. Какой механизм лежит в основе обработки минеральных носителей диметилдихлорсиланом, триметилхлорсиланом и гексаметилдисилазаном? В каком случае образуются опасные газообразные продукты?
5. Если на хроматограмме время удерживания додекана и тетрадекана составляет 12,4 и 14,7 мин, соответственно, какое число теоретических тарелок для этой колонки будет больше: рассчитанное 1) как по додекану так и по тетрадекану, 2) по додекану, 3) по тетрадекану ?
6. Если ВЭТГ для металлической колонки (2 м × 3 мм) заполненной полимерным сорбентом Porapak N (80-100 меш) при анализе пробы пропана в гелии (C = 0,3 % об.) составляет 8,3; 6,6; 2,1; 2,7; 4,5 и 5,4 мм при объемной скорости гелия 10; 13; 15; 20; 30 и 40 мл/мин, то какой будет оптимальная скорость газа-носителя для эффективного разделения пропана, изобутана и н-бутана?
7. Можно ли определить мертвое время по воздуху детектором ДТП при использовании хроматографической колонки, заполненной молекулярным ситом СаХ (колонка 2 м × 3 мм, фракция сорбента 0,25-0,30 мм, скорость гелия – 15 мл/мин, температура термостата: 45 °С)?
8. Если анализируемую пробу (объемом 1 мкл) вводили в испаритель хроматографа микрошприцами на 1 и 10 мкл по 5 раз, в каком случае среднее квадратичное отклонение высот и площадей хроматографических пиков будет больше?
9. Какой фактор является определяющим при постоянном времени удерживания анализируемого соединения (скорость газа-носителя, точность поддержания температуры термостата колонок, одинаковая процедура ввода пробы микрошприцом в испаритель)?
10. Если график зависимости исправленных времен удерживания нормальных углеводов додекан (C₁₂) – тетракозан (C₂₄) имеет перелом после элюирования C₂₁, что можно сказать о температурном режиме термостата колонки (капиллярная колонка НР-5, 30 м × 0,32 мм, линейная скорость гелия – 30 см/с)?
11. Какие соединения могут быть использованы в качестве стандартов при определении индексов удерживания в биохимических исследованиях проб методом газовой хроматографии?
12. Какая комбинация последовательно-работающих детекторов позволит определить концентрацию метилтретбутилового эфира (МТБЭА) в бензине марки А-92?
13. Какой детектор предпочтителен при определении соединений серы в нефти и нефтепродуктах?

14. Какова величина окна поиска индексов Ковача углеводов в сложной смеси?
15. Какие неподвижные фазы можно использовать при установлении индивидуального состава бензина методом капиллярной газовой хроматографии?

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

8.1 Основная литература:

1. Конохов, В. Ю. Хроматография : учебник / В. Ю. Конохов. — Санкт-Петербург : Лань, 2022. — 224 с. — ISBN 978-5-8114-1333-1. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/210989> (дата обращения: 27.03.2022). — Режим доступа: для авториз. пользователей.

2. Аналитическая химия. Методы разделения веществ и гибридные методы анализа : учебное пособие для вузов / А. А. Ганеев, И. Г. Зенкевич, Л. А. Карцова [и др.] ; Под ред. проф. Л. Н. Москвина. — 3-е изд., стер. — Санкт-Петербург : Лань, 2022. — 332 с. — ISBN 978-5-8114-9137-7. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/187643> (дата обращения: 27.03.2022). — Режим доступа: для авториз. пользователей.

8.2 Дополнительная литература:

1. Количественные методы в масс-спектрометрии / авт.-сост. И. Лаваньини [и др.]; пер. с англ. Ю. О. Каратасо. - Москва : Техносфера, 2008. - 176 с.

3. Проблемы аналитической химии / ред. Ю. А. Золотов. - Москва: Наука. Т. 13: Внелабораторный химический анализ / сост. тома Ю. А. Золотов. - 2010. - 564 с.

5. Садек, Пол. Растворители для ВЭЖХ = The HPLC Solvent Guide / П. Садек; пер. с англ.: А. А. Горбатенко, Е. И. Ревина. - Москва : Бином. Лаборатория знаний, 2012. - 704

8.3 Интернет-ресурсы:

<http://www.nglib.ru/index.jsp> - портал научно-технической информации «Нефть и газ»

<http://elibrary.ru/defaultx.asp> - научная электронная библиотека,

<http://www.twirpx.com/> - информационно-технический сайт «Все для студента»

<http://window.edu.ru/>

Oil Gas Journal - www.ogj.com

Информационная система "Единое окно доступа к образовательным ресурсам" –

Информационный портал "Студенту вуза" – <http://studentu-vuza.ru/>;

Минеральные ресурсы России. Экономика и управление - [www. geoinform .ru](http://www.geoinform.ru)

Нефтегазовая вертикаль - www.ngv.ru

Нефть и капитал - www.oilcapital.ru

Нефть России. Oil of Russia - www.press.lukoil.ru

Нефтяное хозяйство - www.oil-industry.ru

Базы данных, доступные в рамках национальной подписки

<https://rd.springer.com/>

<https://onlinelibrary.wiley.com/>

<https://www.jstor.org/>

<https://www.cambridge.org/core>

Российские базы данных:

<https://grebennikon.ru/>

<https://dlib.eastview.com/browse>

<https://eduvideo.online/>

<https://www.iprbookshop.ru/>

<https://urait.ru/>

9. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине (модулю)

MS Office, платформа для электронного обучения Microsoft Teams.

Использование типовых компьютерных программ (Excel, Word, PowerPoint) для решения вычислительных задач, составления отчетов и презентаций.

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.

Для самостоятельной работы аспирантов необходим доступ в компьютерный класс, имеющий выход в Интернет.

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

Регулярное чтение выпусков научных обзорных журналов по нефтехимии (Нефтехимия, Вестник Омского университета, Вестник Томского университета, Вестник ТюмГУ, Известия ВУЗов. Химия и химическая технология, Известия РАН. Серия химическая, Экологическая химия).

Изучение методических материалов по основному курсу «Органическая химия», «Физические методы исследования» по направлению «Химия», спецкурсу «Органический катализ», органическим спецпрактикумам по спектроскопии и хроматографии.

Самостоятельное планирование и исследований в области исследования нефтехимических процессов с помощью современных инструментальных методов.