

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Пекаревский Борис Владимирович  
Должность: Проректор по учебной и методической работе  
Дата подписания: 29.09.2023 10:21:49  
Уникальный программный ключ:  
3b89716a1076b80b2c167df0f27c09d01782ba84



МИНОБРНАУКИ РОССИИ

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Санкт-Петербургский государственный технологический институт  
(технический университет)»

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной и методической работе

\_\_\_\_\_ Б.В.Пекаревский

«21» июня 2021 г.

**Рабочая программа дисциплины  
ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ  
ИССЛЕДОВАНИЯ В ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

Направление подготовки

**18.04.01**

**ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ**

Направленность образовательной программы

**Технология и переработка полимеров, Химическая технология органических красителей и фототропных соединений, Химическая технология синтетических биологически активных веществ**

Квалификация

**Магистр**

Форма обучения

**Очная**

Факультет **химии веществ и материалов**

Кафедра **физической химии**

Санкт-Петербург

2021

Б1.О.06

## ЛИСТ СОГЛАСОВАНИЯ

Должность разработчика	Подпись	Ученое звание, фамилия, инициалы
Профессор		доцент Е.В.Сивцов

Рабочая программа дисциплины «Теоретические и экспериментальные методы исследования в химической технологии» обсуждена на заседании кафедры физической химии

протокол от «19» апреля 2021 №10

Заведующий кафедрой

С.Г.Изотова

Одобрено учебно-методической комиссией факультета химии веществ и материалов  
протокол от «17» июня 2021 № 9

Председатель

С.Г.Изотова

## СОГЛАСОВАНО

Руководитель направления подготовки «Химическая технология»		М.В.Рутто
Директор библиотеки		Т.Н.Старостенко
Начальник методического отдела учебно-методического управления		Т.И.Богданова
Начальник учебно-методического управления		С.Н.Денисенко

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы .....	04
2. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы .....	04
3. Объем дисциплины .....	05
4. Содержание дисциплины	
4.1. Разделы дисциплины и виды занятий .....	06
4.2. Занятия лекционного типа .....	07
4.3. Занятия семинарского типа .....	09
4.3.1. Семинары, практические занятия .....	09
4.3.2. Лабораторные занятия .....	09
4.4. Самостоятельная работа .....	10
5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине .....	11
6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации .....	11
7. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины .....	12
8. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины .....	13
9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины .....	13
10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине	
10.1. Информационные технологии .....	14
10.2. Программное обеспечение .....	14
10.3. Базы данных и информационные справочные системы .....	14
11. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине .....	14
12. Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья .....	14
Приложения:	
1. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации .....	15

## 1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

В результате освоения образовательной программы магистратуры обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения по дисциплине:

Код и наименование компетенции	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения (дескрипторы)
<b>ОПК-1</b> Способен организовывать самостоятельную коллективную научно-исследовательскую работу, разрабатывать планы и программы проведения научных исследований технических разработок	<b>ОПК-1.1</b> Формулировать задачи для новых исследовательских проектов, находить пути их решения с использованием современных теоретических и экспериментальных методов научных исследований	<b>Знать:</b> - возможности и области применения современных теоретических и экспериментальных методов научных исследований в области химической технологии <b>Уметь:</b> - правильно выстроить план научно-исследовательской работы для достижения поставленной цели <b>Владеть:</b> - основами планирования научно-исследовательской работы и принципами выбора средств для решения технических задач в области химической технологии
<b>ОПК-2</b> Способен использовать современные приборы и методики, организовывать проведение экспериментов, испытаний, проводить обработку и анализировать результаты	<b>ОПК-2.2, (ОПК-2.1)*</b> Практическая реализация современных теоретических и экспериментальных методов исследования для решения задач в области химической технологии	<b>Знать:</b> - принципы основных теоретических и экспериментальных методов исследования, их возможности для решения конкретных категорий задач <b>Уметь:</b> - осуществлять на практике теоретические и экспериментальные методы исследований, проводить измерения, обрабатывать полученные данные, анализировать данные, подготавливать отчеты о проведенных исследованиях <b>Владеть:</b> - приемами анализа и интерпретации полученных данных, навыками умозаключений, базирующихся на разрозненных результатах, полученных в теоретических и инструментальных исследованиях

\*ОПК-2.1 для направленностей образовательной программы «Химическая технология органических красителей и фототропных соединений», Химическая технология синтетических биологически активных веществ

## 2. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к обязательной части Блока 1 «Дисциплины» образовательной программы магистратуры (Б1.О.06) и изучается на 1 курсе в 1 семестре. В методическом плане дисциплина опирается на элементы компетенций, сформированные при изучении дисциплин «физика», «математика», «общая и неорганическая химия», «органическая химия», «физическая химия», «химические и физико-химические методы анализа», «коллоидная химия». Занятия по данному курсу должны обеспечить приобретение студентами теоретических знаний, практических и расчетных навыков, необходимых при изучении специальных курсов, а также для последующей успешной работы на промышленных предприятиях, в научно-исследовательских и проектных организациях. Умения и навыки могут быть использованы в научно-исследовательской работе магистра и при выполнении выпускной квалификационной работы.

## 3 Объем дисциплины

Вид учебной работы	Всего, академических часов
	Очная форма обучения
<b>Общая трудоемкость дисциплины</b> (зачетных единиц/ академических часов)	2/72
<b>Контактная работа с преподавателем:</b>	<b>58</b>
занятия лекционного типа	18
занятия семинарского типа, в т.ч.	40
семинары, практические занятия	18
лабораторные работы	18
курсовое проектирование (КР или КП)	
КСР	4
другие виды контактной работы	
<b>Самостоятельная работа</b>	<b>14</b>
<b>Форма текущего контроля</b> (Кр, реферат, РГР, эссе)	отчёты по лабораторным работам и индивидуальным заданиям
<b>Форма промежуточной аттестации</b> (КР, КП, зачет, экзамен)	зачёт

## 4 Содержание дисциплины

### 4.1 Разделы дисциплины и виды занятий

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Занятия лекционного типа, академ. часы	Занятия семинарского типа, академ. часы		Самостоятельная работа, академ. часы	Формируемые компетенции	Формируемые индикаторы
			Семинары и/или практические занятия	Лабораторные работы			
1.	Спектроскопия ядерного магнитного резонанса	6	6	6	4	ОПК-1 ОПК-2	ОПК-1.1 ОПК-2.2 ОПК-2.1*
2.	Термические методы анализа	4	4	4	4	ОПК-1 ОПК-2	ОПК-1.1 ОПК-2.2 ОПК-2.1*
3.	Реология и реометрия	4	4	6	3	ОПК-1 ОПК-2	ОПК-1.1 ОПК-2.2 ОПК-2.1*
4.	Гель-проникающая хроматография	4	4	2	3	ОПК-1 ОПК-2	ОПК-1.1 ОПК-2.2 ОПК-2.1*
	<b>Итого</b>	<b>18</b>	<b>18</b>	<b>18</b>	<b>14</b>		

### 4.2 Занятия лекционного типа

#### 4.2. Занятия лекционного типа.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, академ. часы	Инновационная форма
1	<u>Спектроскопия ЯМР <math>^1\text{H}</math>, <math>^{13}\text{C}</math>.</u> Теоретические основы спектроскопии ЯМР. Возможности идентификации и оценки качества исходных веществ, промежуточных и целевых продуктов химико-технологических процессов.	2	ЛВ, РД

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Инновацион- ная форма
1	<u>Спектроскопия ЯМР. Двумерные техники и практическое применение.</u> Спектры гомо- и гетероядерной корреляции. Возможности кинетических исследований, мониторинга протекания химических реакций. Применение для оптимизации химико-технологических процессов.	4	ЛВ, РД
2	<u>Термические методы анализа.</u> Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Теоретические основы и практическая реализация. Особенности пробоподготовки. Проведение анализа и интерпретация результатов. Теплота фазовых переходов, температура стеклования. Применение в химических технологиях.	2	ЛВ, РД
2	<u>Термические методы анализа.</u> Термогравиметрия. Теоретические основы и практическая реализация. Определение важнейших технологических характеристик веществ и материалов. Контроль качества и возможности идентификации.	2	ЛВ, РД
3	<u>Реология и реометрия.</u> Агрегативная устойчивость и взаимодействие частиц, молекулярная и электростатическая составляющие. Переход Дерягина, потенциальные кривые. Основы теории ДЛФО. Фрактальная модель коагуляционного структурирования в дисперсных системах. Основы реологии. Особенности реологии дисперсных систем, паст, гелей. Тиксотропия и дилатансия как технологические характеристики веществ и материалов.	2	ЛВ, РД
3	<u>Реология и реометрия.</u> Оборудование для реологических исследований. Осцилляционная реометрия. Реологические характеристики материалов. Использование реометрии для мониторинга процессов отверждения и гелеобразования.	2	ЛВ, РД

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Инновационная форма
4	<u>Гель-проникающая хроматография (ГПХ).</u> Основы метода, применяемое оборудование, виды детектирования, калибровка. Применение для определения молекулярно-массовых характеристик высокомолекулярных веществ.	4	ЛВ, РД
Итого		<b>18</b>	

### 4.3 Занятия семинарского типа (семинары, практические занятия)

#### 4.3.1. Семинары, практические занятия

#### 4.3. Занятия семинарского типа.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Инновационная форма
		Всего	
1	<u>Спектроскопия ЯМР <math>^1\text{H}</math>, <math>^{13}\text{C}</math>.</u> Качественный и количественный анализ ЯМР спектров веществ и их смесей. Определение констант спин-спинового взаимодействия. Правила представления результатов анализа спектров ЯМР.	2	МК, КтСм
1	<u>Спектроскопия ЯМР. Двумерные техники и практическое применение.</u> Расшифровка спектров COSY, NOESY, HMBC, HMQC. Специальные возможности спектроскопии ЯМР. Расчет выхода целевого компонента, скорости реакции, молекулярной массы полимера по концевым группам.	4	МК, КтСм



№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Инновационная форма
		Всего	
2	<u>Термические методы анализа.</u> Калибровка прибора DSC. Корректировка базовой линии. Расчет фазовых переходов: стеклования, плавления, кристаллизации. Влияние скорости нагрева и массы образца на результаты анализа.	2	МК, КрСт
2	<u>Термические методы анализа.</u> Расчет термостойкости, термостабильности, влажности материала. Расчет степени наполнения органо- неорганических композитов.	2	МК, РД
3	<u>Реология и реометрия.</u> Реологические модели. Расчет реологических параметров материала.	2	РД
3	<u>Реология и реометрия.</u> Расчет фрактальной размерности флокул дисперсных систем.	2	РД
4	<u>Гель-проникающая хроматография (ГПХ).</u> Расчет молекулярно-массовых характеристик образцов по данным гель-проникающей хроматографии.	2	Т
4	<u>Гель-проникающая хроматография (ГПХ).</u> Расчет молекулярной массы высокомолекулярных соединений по характеристической вязкости с использованием уравнения Марка- Куна-Хаувинка.	2	АТД
Итого		<b>18</b>	

### 4.3.2 Лабораторные занятия

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Примечание
		Всего	
1	<u>Спектроскопия ЯМР.</u> Работа с программами обработки и анализа ЯМР спектров ACDLabsi TopSpin.	4	Выполняются с использованием оборудования инженерингового центра СПбГТИ(ТУ), МГ
1	<u>Спектроскопия ЯМР.</u> Получение ЯМР спектра исследуемого образца и его качественный и количественный анализ.	2	
2	<u>Термические методы анализа.</u> Проведение ДСК анализа образца по заданию с использованием прибора ShimadzuDSC 60.	2	
2	<u>Термические методы анализа.</u> Проведение дериватографии образца по заданию с использованием прибора ShimadzuTG/DTA 60	2	МГ
3	<u>Реология и реометрия.</u> Изучение характера течения образца по заданию с использованием прибора AntonPaarMCR 302. Определение реологических технологических характеристик материала с использованием прибора AntonPaarMCR 302	2	МГ
3	<u>Реология и реометрия.</u> Проведение осцилляционного эксперимента на приборе AntonPaarMCR 302 с целью определения баланса упругих и пластических свойств материала	2	МГ
3	<u>Реология и реометрия.</u> Проведение теста на тиксотропность на приборе AntonPaarMCR 302	2	МГ
4	<u>Гель-проникающая хроматография (ГПХ).</u> Обработка хроматограмм с помощью стандартных инженерных приложений	2	АТД
	Итого	<b>18</b>	

#### 4.4 Самостоятельная работа обучающихся

№ раздела дисциплины	Перечень вопросов для самостоятельного изучения	Объем, акад. часы	Форма контроля
1	<p><u>Спектроскопия ЯМР.</u></p> <p>1. Моделирование спектров ЯМР <math>^1\text{H}</math>, <math>^{13}\text{C}</math>, COSY, HMQC согласно индивидуальному заданию.</p> <p>2. Определение спиновой системы, ее анализ, вычисление констант спин-спинового взаимодействия.</p> <p>3. Закономерности расположения в спектре сигналов атомов <math>^1\text{H}</math> и <math>^{13}\text{C}</math>.</p> <p>4. Определение структуры соединения по брутто-формуле и спектру ЯМР <math>^1\text{H}</math>.</p> <p>5. Определение геометрической конфигурации сложных молекул с использованием спектров гомоядерной корреляции NOESY.</p> <p>6. Составление таблиц кросс-пиков двумерных спектров ЯМР.</p> <p>7. Определение строения сложных молекул на основании анализа спектров ЯМР <math>^1\text{H}</math>, <math>^{13}\text{C}</math>, COSY, HMQC и HMBC.</p>	4	Устный опрос, проверка индивидуального задания, дискуссия
2	<p><u>Термические методы анализа.</u></p> <p>1. Температура стеклования полимера как характеристика сегментальной подвижности макроцепей. Зависимость температуры стеклования от химического строения макромолекул. Понятие о статистическом сегменте Куна.</p> <p>2. Определение теплоемкости методом ДСК.</p> <p>3. Кинетические исследования методом ДСК.</p> <p>4. Теплостойкость, термостойкость и термостабильность.</p>	4	Устный опрос

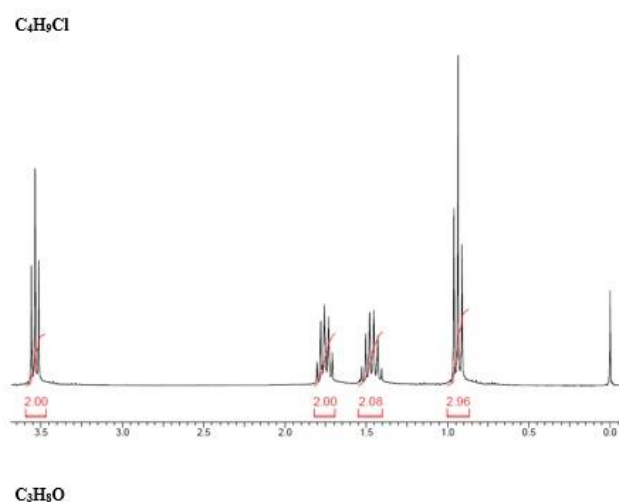
№ раздела дисциплины	Перечень вопросов для самостоятельного изучения	Объем, акад. часы	Форма контроля
3	<u>Реология и реометрия.</u> 1. Виды неньютоновского течения. 2. Ньютоновское, тиксотропное и дилатанное поведения дисперсных систем при течении. 3. Формула Ньютона и Бринкмена для вязкости. 4. Типы структур покоя: цепочечная, коагуляционная, периодическая. 5. Структурное состояние дисперсных систем в потоке. Уравнения структурного состояния и уравнения реологии цепочечной структуры, коагуляционной структуры на основе ее фрактальной модели и периодической структуры.	3	Устный опрос
4	<u>Гель-проникающая хроматография (ГПХ).</u> 1. Калибровка хроматографа. Получение узкодисперсных образцов для калибровки. 2. Способы детектирования в ГПХ. 3. Переход от условных единиц молекулярной массы, полученных по стандартной калибровке (полистирол, полиметилметакрилат) к истинным значениям с использованием коэффициентов уравнения Марка-Куна-Хаувинка.	3	Устный опрос, проверка индивидуальных заданий
	Итого	14	

#### 4.5 Темы индивидуальных заданий

В процессе изучения данной дисциплины студенты выполняют 2 индивидуальных задания, каждое из которых является формой текущего контроля.

Пример индивидуального задания 1.

По брутто-формуле соединения и его протонному спектру ЯМР определить структуру:



Пример индивидуального задания 2.

Исходными данными являются результаты эксперимента на хроматографе ГПХ, содержащие массив данных о времени удержания и сигнале на рефрактометрическом детекторе:

[LC хроматограмма(Детектор А-Кан.1)]

Интервал (мсек) 500

# точек 3516

Время начала (мин) 0.000

Время окончания (мин) 29.292

Единицы интенсивности mV

Коэффициент интенсивности 0.001

R.Time (min) Интенсивность

0.00000 292319

0.00833 292319

0.01667 275310

0.02500 3426

0.03333 - 23314

0.04167 - 38926

0.05000 - 54024

0.05833 - 68599

0.06667 - 82644

0.07500 - 96139

0.08333 - 109060 и т.д.

Кроме того, дана калибровка по полистирольным образцам:

[GPC Таблица калибровочной кривой(Детектор А-Кан.1)]

# точек 7

#	Время (мин)	М.М.	Масса
1	16.147	320000	1
2	17.611	121600	1
3	18.630	67400	1
4	19.364	46900	1
5	20.933	20070	1
6	22.440	9150	1
7	23.656	4760	1

Задание: построить нормированную на единичную площадь хроматограмму целевого соединения. Вычислить среднечисленную и среднемассовую молекулярную массу.

## **5 Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине.**

Методические указания для обучающихся по организации самостоятельной работы по дисциплине, включая перечень тем самостоятельной работы, формы текущего контроля по дисциплине и требования к их выполнению размещены в электронной информационно-образовательной среде СПбГТИ(ТУ) на сайте: <https://media.technolog.edu.ru>

## **6 Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации**

Своевременное выполнение обучающимся мероприятий текущего контроля позволяет превысить (достигнуть) пороговый уровень («удовлетворительно») освоения предусмотренных элементов компетенций.

Результаты дисциплины считаются достигнутыми, если для всех элементов компетенций превышен (достигнут) пороговый уровень освоения компетенции на данном этапе.

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в форме зачета.

К сдаче зачета допускаются студенты, выполнившие все формы текущего контроля.

Зачет предусматривают проверку освоения предусмотренных элементов компетенций путем устных ответов на случайную выборку из 2-4 вопросов (до достижения удовлетворительного результата) из числа вопросов, представленных в Приложении 1. Зачет сдается в форме собеседования с преподавателем.

Фонд оценочных средств по дисциплине представлен в Приложении № 1.

## **7 Перечень учебных изданий, необходимых для освоения дисциплины**

### **а) печатные издания:**

1 Бибик, Е.Е. Коллоидные растворы и суспензии. Руководство к действию / Е.Е. Бибик – СПб.: ЦОП "Профессия", 2018. – 252с.- ISBN978-5-91884-092-4.

2 Сильверстейн, Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений / Р. Сильверстейн, Ф. Вебстер, Д. Кимл. – М.: Бином. Лаборатория знаний. – 2012. – 557с. .- ISBN 978-5-94774-392-0

3 Кожухар, В.М. Основы научных исследований: Учебное пособие / В.М. Кожухар. - М.: Дашков и К, 2012. - 216 с. .- ISBN 978-5-394-01711-7

4 Спектроскопия ядерного магнитного резонанса для химиков: Учебник для химических спец. вузов / Ю.М. Воловенко, В.Г.Карцев, И.В.Комаров и др. – М.: ICSPFPRESS, 2011. – 694с. .- ISBN 978-5-903078-34-9

5 Бёккер, Ю. Спектроскопия / Ю. Бёккер; пер. с нем. Л.Н. Казанцевой, под ред. А.А. Пупышева, М.В. Поляковой. – М.: Техносфера, 2009. – 527с. .- ISBN 978-5-94836-220-5

6 Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии / Ю.А.Пентин, Л.В.Вилков. – М.: Мир; М.: АСТ, 2003. – 683с. .- ISBN 5-03003470-6 (Мир). - ISBN 5-17-018760-2 (АСТ)

### **б) электронные учебные издания:**

1 Макарова, Л.Ф. Основы стандартизации, метрологии, сертификации: учебное пособие для заочной формы обучения направления подготовки «Информатика и вычислительная техника» / Л.Ф. Макарова; Министерство образования и науки Российской Федерации, Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Кафедра систем автоматизированного проектирования и управления. – Санкт-Петербург, СПбГТИ(ТУ), 2010. – 155 с. // СПбГТИ. Электронная библиотека. - URL: <https://technolog.bibliotech.ru> (дата обращения: 12.01.2021). - Режим доступа: для зарегистрир. пользователей.

2 Соснов, Е.А. Основы научных исследований : в 2-х ч.: текст лекций / Е.А. Соснов; Министерство образования и науки Российской Федерации, Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Кафедра химической нанотехнологии и материалов электронной техники. – Санкт-Петербург, СПбГТИ(ТУ), 2014. Ч.1. – 155 с. // СПбГТИ. Электронная библиотека. - URL: <https://technolog.bibliotech.ru> (дата обращения: 12.01.2021). - Режим доступа: для зарегистрир. пользователей.

3 Соснов, Е.А. Основы научных исследований : в 2-х ч.: текст лекций / Е.А. Соснов; Министерство образования и науки Российской Федерации, Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Кафедра химической нанотехнологии и материалов электронной техники. – Санкт-Петербург, СПбГТИ(ТУ), 2014. Ч.2. – 87 с. // СПбГТИ. Электронная библиотека. - URL: <https://technolog.bibliotech.ru> (дата обращения: 12.01.2021). - Режим доступа: для зарегистрир. пользователей.

## **8 Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины**

учебный план, РПД и учебно-методические материалы:  
<http://media.technolog.edu.ru>

электронно-библиотечные системы:

«Электронный читальный зал – БиблиоТех» <https://technolog.bibliotech.ru/>;

Открытый Интернет-ресурс по моделированию спектров ЯМР [www.nmrdb.org](http://www.nmrdb.org)

С компьютеров института открыт доступ к:

[www.elibrary.ru](http://www.elibrary.ru) - eLIBRARY - научная электронная библиотека периодических изданий;

<http://e.lanbook.com> - Электронно-библиотечная система издательства «Лань», коллекции «Химия» (книги издательств «Лань», «Бином», «НОТ», «Профессия»), «Нанотехнологии» (книги издательства «Бином. Лаборатория знаний»);

[www.consultant.ru](http://www.consultant.ru) - КонсультантПлюс - база законодательных документов по РФ и Санкт-Петербургу;

[www.scopus.com](http://www.scopus.com) - База данных рефератов и цитирования Scopus издательства Elsevier;

<http://webofknowledge.com> - Универсальная реферативная база данных научных публикаций Web of Science компании Thomson Reuters;

<http://iopscience.iop.org/journals?type=archive>, <http://iopscience.iop.org/page/subjects> - Издательство ИОР (Великобритания);

[www.oxfordjournals.org](http://www.oxfordjournals.org) - Архив научных журналов издательства OxfordUniversityPress;

<http://www.sciencemag.org/> - Полнотекстовый доступ к журналу Science (The American Association for the Advancement of Science (AAAS));

<http://www.nature.com> – Доступ к журналу Nature (Nature Publishing Group);

<http://pubs.acs.org> - Доступ к коллекции журналов Core + издательства American Chemical Society;  
<http://journals.cambridge.org> - Полнотекстовый доступ к коллекции журналов Cambridge University Press.

## **9 Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины**

Все виды занятий по дисциплине «Теоретические и экспериментальные методы исследования в химической технологии» проводятся в соответствии с требованиями следующих СТП:

СТО СПбГТИ(ТУ) 039-2013. Магистратура. Общие требования./ СПбГТИ(ТУ).- Введ. с 01.01.2013.- СПб.: СПбГТИ(ТУ), 2013.- 25 с.

СТП СПбГТИ 040-02. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лекция. Общие требования;

СТО СПбГТИ 020-2011. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лабораторные занятия. Общие требования к организации и проведению.

СТО СПбГТИ 018-2014. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Семинары и практические занятия. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 048-2009. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Самостоятельная планируемая работа студентов.

СТО СПбГТИ(ТУ) 016-2015. Порядок организации и проведения зачётов и экзаменов./ СПбГТИ(ТУ).- Введ. с 01.06.2015. - СПб.: СПбГТИ(ТУ), 2015.- 45 с. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 047-2008 КС УКДВ. Система стандартов безопасности труда. Организация обучения студентов безопасности труда при проведении учебных лабораторных работ.

Планирование времени, необходимого на изучение данной дисциплины, лучше всего осуществлять на весь семестр, предусматривая при этом регулярное повторение пройденного материала.

Основными условиями правильной организации учебного процесса для студентов является:

плановость в организации учебной работы;

постоянный самоконтроль.

На занятия студент должен приходить, имея знания по уже изученному материалу.

## **10 Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине**

### **10.1 Информационные технологии**

В учебном процессе по данной дисциплине предусмотрено использование информационных технологий:

чтение лекций с использованием слайд-презентаций;

взаимодействие с обучающимися посредством ЭИОС.

### **10.2 Программное обеспечение**

Microsoft Office (Microsoft Word, Microsoft Excel, Microsoft Power Point).

### **10.3 Базы данных и информационные справочные системы**

1. <http://prometeus.nse.ru> – база ГПНТБ СО РАН.

2. <http://borovic.ru>- база патентов России.



3. <http://1.fips.ru/wps/portal/Register> - Федеральный институт промышленной собственности
4. <http://google.com/patent>- база патентов США.
5. <http://freepatentsonline.com>- база патентов США.
6. <http://patentmatie.com/welcome> - база патентов США.
7. [http://patika.ru/Epasenet\\_patentnie\\_poisk.html](http://patika.ru/Epasenet_patentnie_poisk.html) - европейская база патентов.
8. <http://gost-load.ru>- база ГОСТов.
9. <http://worlddofaut.ru/index.php> - база ГОСТов.
10. <http://elibrary.ru> – Российская поисковая система научных публикаций.
11. <http://springer.com> – англоязычная поисковая система научных публикаций.
12. <http://dissforall.com> – база диссертаций.
13. <http://diss.rsl.ru> – база диссертаций.
14. <http://webbook.nist.gov/chemistry> - NIST Standard Reference Database.
15. <http://riodb.ibase.aist.go.jp/riohomee.html> - база спектров химических соединений.
16. Новый справочник химика и технолога [http://chemanalitica.com/book/novyy\\_spavochnik](http://chemanalitica.com/book/novyy_spavochnik)

## **11 Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине**

Для проведения занятий в интерактивной форме, чтения лекций в виде презентаций, демонстрации видео материалов используется мультимедийная техника.

Для проведения практических занятий используют компьютерный класс с персональными компьютерами, имеющими выход в Интернет.

Три лаборатории (площадью 170 м<sup>2</sup>). Лаборатории оснащены комплектным типовым химическим оборудованием (весы ВЛР, термостаты, центрифуги, дистилляторы, магнитные мешалки, источники питания и др.), оригинальными установками и приборами.

Для проведения лабораторных работ используются приборы:

Спектрометр ЯМР BrukerBioSpinAGAvance III HD 400.

Дериватограф Shimadzu DTG-60.

Калориметр сканирующий дифференциальный ShimadzuDSC-60 Plus.

Реометр Anton Paar PHYSICA MCR 302.

## **12 Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья**

Для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями учебные процесс осуществляется в соответствии с Положением об организации учебного процесса для обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья СПбГТИ(ТУ), утвержденным ректором 28.08.2014г.

**Фонд оценочных средств**  
**для проведения промежуточной аттестации по дисциплине «Теоретические и**  
**экспериментальные методы исследования в химической технологии»**

**1 Перечень компетенций и этапов их формирования**

Компетенция	Содержание	Этап формирования
<b>ОПК-1</b>	Способен организовывать самостоятельную и коллективную научно-исследовательскую работу, разрабатывать планы и программы проведения научных исследований и технических разработок	начальный
<b>ОПК-2</b>	Способен использовать современные приборы и методики, организовывать проведение экспериментов и испытаний, проводить их обработку и анализировать их результаты	начальный

## 2 Показатели и критерии оценивания компетенций на различных этапах их формирования, шкала оценивания

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Показатели сформированности (дескрипторы)	Критерий оценивания	Уровни сформированности (описание выраженности дескрипторов)		
			«удовлетворительно» (пороговый)	«хорошо» (средний)	«отлично» (высокий)
<b>ОПК-1.1</b> Формулировать задачи для новых исследовательских проектов, находить пути их решения с использованием современных теоретических и экспериментальных методов научных исследований	Знание возможностей и областей применения современных теоретических и экспериментальных методов научных исследований в области химической технологии	Правильные ответы на вопросы 1-4, 27-77 к зачету.	Знает основные термины, понятия методов исследования и обработки результатов эксперимента.	Демонстрирует знание фундаментальных основ методов исследования и современного уровня реализации каждого из них	Знает как применить результаты инструментального исследования и математического моделирования для регулирования свойств продукта и оптимизации технологии его получения
	Умение правильно выстраивать план научно-исследовательской работы для достижения поставленной цели	Правильные ответы на вопросы 5-14 к зачету.	Способен сопоставить и объяснить результаты эксперимента с данными, полученными в ходе теоретического исследования.	Выявляет взаимосвязь между структурой и свойствами, применяет знание фундаментальных законов и теорий для объяснения результатов теоретических и инструментальных исследований.	Самостоятельно формулирует выводы, оценивает соответствие выводов полученным данным. Оценивает научную и прикладную значимость своей разработки. Способен к оптимизации существующих технологий.

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Показатели сформированности (дескрипторы)	Критерий оценивания	Уровни сформированности (описание выраженности дескрипторов)		
			«удовлетворительно» (пороговый)	«хорошо» (средний)	«отлично» (высокий)
	Владение основами планирования научно-исследовательской работы и принципами выбора средств для решения технических задач в области химической технологии	Правильные ответы на вопросы 15-19 к зачету.	Владеет базовыми методами исследования и начальными навыками пользования программными продуктами для моделирования и обработки результатов экспериментальных исследований.	Вычленяет главные факторы, влияющие на уровень свойств и характеристик, оценивает значимость полученных экспериментальных данных и ошибок эксперимента.	Владеет специальными программными продуктами, позволяющими производить всесторонний анализ экспериментальных данных. Способен к анализу возможностей и ограничений программных продуктов.
<b>ОПК-2.2</b> Практическая реализация современных теоретических и экспериментальных методов исследования для решения задач в области химической технологии	Знание принципов основных теоретических и экспериментальных методов исследования, их возможностей для решения конкретных категорий задач	Правильные ответы на вопросы 20-26, 101-114 к зачету.	Знает общие понятия и области применения основных теоретических и экспериментальных методов исследования	Знаком с возможностями и ограничениями методов исследования, знает типичные причины некорректных результатов	Знает физико-химические основы каждого метода исследования, понимает принципы выбора комплекса методов исследования для решения конкретной задачи химической технологии

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Показатели сформированности (дескрипторы)	Критерий оценивания	Уровни сформированности (описание выраженности дескрипторов)		
			«удовлетворительно» (пороговый)	«хорошо» (средний)	«отлично» (высокий)
	Осуществление на практике теоретических и экспериментальных методов исследования посредством проведения измерений, обработки полученных данных, анализа данных, подготовки отчетов о проведенных исследованиях	Правильные ответы на вопросы 42-56, 78-100 к зачету.	Способен провести измерения по имеющемуся протоколу испытаний и вывести результаты в виде текстового или графического файла	Способен к самостоятельной обработке данных, полученных в инструментальном эксперименте, представлению их в соответствующем поставленной задачи виде	Способен самостоятельно определять протокол испытаний, обрабатывать полученные данные сверх заложенных в стандартном программном обеспечении возможностей
	Владение приемами анализа и интерпретации полученных данных, навыками умозаключений, базирующихся на разрозненных результатах, полученных в теоретических и инструментальных исследованиях	Правильные ответы на вопросы № 18-66 к зачёту	Способен к базовому анализу результатов исследований, проведенных по типовым протоколам или описанным в методической литературе методикам	Способен делать правильные заключения на основании анализа данных, характеризующих исследуемый объект с разных сторон и полученных различными экспериментальными методами исследования.	Способен переносить известные в одной из областей естествознания общие принципы на новые явления и объекты, формулировать правила, основываясь на обобщении массива разнообразной первичной информации.

Шкала оценивания соответствует СТО СПбГТИ(ТУ):

промежуточная аттестация проводится в форме зачета, результат оценивания – «зачтено», «не зачтено». Результаты освоения дисциплины считаются достигнутыми, если для всех элементов компетенций достигнут пороговый уровень освоения компетенции на данном этапе – оценка «удовлетворительно».

### **3 Типовые контрольные задания для проведения промежуточной аттестации**

#### **Вопросы для оценки сформированности элементов компетенции ПК-1**

1. Ядерный магнетизм и история открытия явления ЯМР в конденсированных средах.
2. Основные достоинства и недостатки спектроскопии ЯМР.
3. Внешние и внутренние взаимодействия магнитных моментов ядер.
4. Равновесные динамические процессы и их проявление в спектрах ЯМР.
5. Природа химического сдвига ядер  $^1\text{H}$  и факторы, определяющие его значение.
6. Спиновое эхо Э.Хана и его свойства.
7. Спектральные и релаксационные характеристики спектров ЯМР и их связь со строением молекул в растворе.
8. Комбинированное использование многомерных и многоквантовых гомо- и гетероядерных корреляционных методов спектроскопии ЯМР для идентификации сигналов и определения структуры молекул в растворе.
9. Основы теории Дерягина-Ландау-Фервея-Овербека (ДЛФО). Потенциальные кривые взаимодействия частиц. Порог коагуляции по теории ДЛФО.
10. Кинетика коагуляции. Быстрая и медленная коагуляция.
11. Закон внутреннего трения Ньютона. Вязкость. Ньютоновские и неньютоновские жидкости.
12. Вязкость разбавленных устойчивых коллоидных растворов. Уравнение Эйнштейна.
13. Структурообразование. Влияние устойчивости системы и концентрации дисперсной фазы на структуру дисперсных систем.
14. Природа растворов высокомолекулярных соединений (ВМС). Особенности строения и теплового движения макромолекул ВМС. Набухание и растворение ВМС, термодинамические основы этих процессов.
15. Внутреннее вращение и гибкость полимерных молекул. Особенности их теплового движения. Конформационная энтропия.
16. Особые физико-механические свойства полимеров. Стеклообразное, высокоэластическое и вязкотекучее состояния полимеров.
17. Природа растворов полимеров, сходство и различия с коллоидными растворами.
18. Особенности растворения полимеров. Набухание полимеров. Термодинамические основы растворения полимеров.
19. Полиэлектролиты, факторы, влияющие на свойства растворов полиэлектролитов. Применение полиэлектролитов.

#### **Вопросы для оценки сформированности элементов компетенции ПК-5**

20. Базы спектральных данных и правила пользования ими.
21. Дополнительная обработка экспериментальных данных ЯМР во временном и спектральном представлениях.
22. Двумерное представление ЯМР-информации.
23. Правила представления данных ЯМР спектроскопии для их опубликования.
24. История становления и развития термогравиметрии. Термодинамические базы данных.
25. Нормирование кривых ГПХ и подготовка данных к опубликованию.

26. Требования научных журналов к представлению результатов экспериментальных методов анализа.
27. Разделение взаимодействий с помощью последовательности спинового эха в двумерном методе J-COSY.
28. Способы установления схемы скалярного связывания магнитных ядер с помощью корреляционных методов спектроскопии ЯМР. Стереоспецифичность скалярных констант на примере Карплюсовской зависимости  ${}^3J = f()$ .
29. Перенос поляризации в гетероядерных спиновых системах на примере метода INEPT.
30. Явление кросс-релаксации и использование ядерного эффекта Оверхаузера в структурном и конформационном анализе молекул в растворе.
31. Химическая и магнитная эквивалентность магнитных ядер. Эффекты сильносвязанности в спектрах ЯМР на примере систем АВ и АВХ.
32. Абсолютные и относительные интенсивности сигналов в спектрах ЯМР  ${}^1\text{H}$  и их использование доказательства структуры молекул. Особенности использования интегральных интенсивностей в спектроскопии ЯМР  ${}^{13}\text{C}$ .
33. Происхождение кросс-пиков в спектрах COSY и их мультиплетная структура. Определение “активных” и “пассивных” скалярных констант.
34. Изучение медленных и быстрых (в шкале времени ЯМР) динамических процессов с помощью переноса намагниченности и релаксационных измерений. Спектроскопия EXSY-NOESY.
35. Принципы термического анализа. Области применения.
36. Классификация методов термического анализа по определяемому свойству.
37. Особенности конструкции термовесов.
38. Применение термогравиметрии для качественного и количественного анализа.
39. Методики определения количества процессов, их начала и конца по данным термогравиметрии.
40. Типы артефактов на кривых термогравиметрии. Причины их возникновения.
41. Дифференциально-термический анализ и дифференциальная сканирующая калориметрия.
42. Области применения ДТА и ДСК.
43. Виды дифференциальной сканирующей калориметрии.
44. Термоэлектрические преобразователи - термопары. Виды термопар.
45. Эффект Зеебека, коэффициент Зеебека. Термо ЭДС.
46. Конструкция измерительной ячейки дифференциального сканирующего калориметра.
47. Уравнение теплообмена между образцом и окружающей средой.
48. Основные характеристики дифференциального сканирующего калориметра.
49. Факторы, влияющие на результаты дифференциальной сканирующей калориметрии.
50. Принципы подбора условий для проведения измерений дифференциальной сканирующей калориметрии.
51. Синхронный термический анализ. Его преимущества.
52. Варианты исполнения приборов синхронного термического анализа.
53. Системы для анализа выделяющихся газов, применяемые в синхронном термическом анализе.
54. Температура максимальной скорости разложения.
55. Общие принципы калибровки прибора синхронного термического анализа.
56. Обработка результатов измерения и расчет основных параметров процессов, связанных с изменением массы образца и тепловыми эффектами.
57. Фазовые, полиморфные и стеклообразные переходы. Их отличия и проявления на экспериментальных кривых синхронного термического анализа.
58. Математическая обработка результатов реакций без использования модели (model-free kinetics).

59. Калибровка температурной шкалы (ДТА, ТМА, ТГ, дериватографы) в режиме нагревания и охлаждения. Калибровка чувствительности датчиков теплового потока ДСК. Математические методы в калибровке.
60. Планирование термоаналитического эксперимента. Постановка задачи. Параметры прибора. Характеристика образца. Температурный интервал и скорость нагревания. Точность результатов эксперимента.
61. Обработка результатов термоаналитического эксперимента. Факторы, влияющие на результаты термоаналитических измерений (скорость нагревания, масса образца, форма и размер тигля, атмосфера). «Пустой» эксперимент. Базовая линия. Параметры термоаналитических пиков (начало, конец, максимум). Правило Кирхгофа.
62. Гели, тиксотропия, синерезис.
63. Реологические кривые дисперсных систем с различной структурой.
64. Параметры напряженного состояния дисперсных систем: напряжение, деформация, скорость деформации. Закон Гука. Закон внутреннего трения Ньютона. Основные реологические величины, характеризующие поведение материала под нагрузкой.
65. Течение в цилиндрическом канале (капилляре) ньютоновских и неньютоновских коллоидных растворов.
66. Вязкость разбавленных, агрегативно устойчивых дисперсных систем. Условия применимости уравнения Эйнштейна.
67. Структурирование дисперсных систем. Факторы, определяющие их структуру. Гели и студни. Синерезис.
68. Структура и особенности течения обратимо коагулирующих дисперсных систем. Тиксотропия. Реологические кривые.
69. Структура и особенности течения высококонцентрированных суспензий. Дилатансия. Реологические кривые.
70. Сущность хроматографии. История развития метода.
71. Основные понятия хроматографии. ПФ и НФ.
72. Хроматограмма. Виды хроматограмм.
73. Основные хроматографические параметры - время и объем удерживания.
74. Основные хроматографические параметры - коэффициент удерживания и коэффициент емкости.
75. Качественный анализ в хроматографии. ИУК.
76. Количественный анализ в хроматографии. Методы количественного анализа.
77. Принципиальная схема, основные системы и узлы хроматографа. Система подготовки газов. Дозирующие устройства. Детекторы. Характеристики детекторов различного типа.
78. Описание импульсной регистрации спектров ЯМР с помощью векторной модели
79. Прямые и косвенные диполь-дипольные взаимодействия между ядерными спинами  $\frac{1}{2}$  и их проявление в спектрах ЯМР.
80. Импульсная последовательность HSQC как пример “инверсной” регистрации гетероядерных скалярных взаимодействий.
81. Диффузионное движение молекул в растворе как источник релаксационных переходов между Зеемановскими уровнями энергии.
82. Резонансное взаимодействие магнитных ядер с радиочастотным полем  $B_1$
83. Способы увеличения чувствительности в спектроскопии ЯМР.
84. Алгоритм создания температурной программы для изучения термической стабильности твердого образца.
85. Обработка результатов термогравиметрии. Физический смысл и применений первой и второй производной ТГ.
86. Температурная модуляция в дифференциальном термическом анализе. Возможности метода.
87. Выделение сигналов обратимых и необратимых тепловых процессов из общего ДСК сигнала.



88. Основы термокинетики. Основные кинетические модели.
89. Определение энергии активации из модель – независимого анализа.
90. Общие принципы выбора кинетической модели для расчета кинетических параметров реакции.
91. Степень превращение и потеря массы. Дегидратация, возгонка, термическое разложение твёрдых тел. Аррениусовские координаты. Кинетические модели термического разложения.
92. Уравнение Шведова-Бингама. Предельное напряжение сдвига. Пластическая и эффективная вязкость.
93. Реологические кривые течения пластичных дисперсных материалов. Уравнение Шведова-Бингама.
94. Понятие о фрактальных структурах. Уравнение состояния и реологические уравнения фрактальных структур.
95. Эффективность хроматографической колонки. Число теоретических тарелок. ВЭТТ. Разрешение. Оптимизация разрешения в хроматографической системе.
96. Селективность в хроматографии. Фактор разделения, или коэффициент селективности.
97. Теории хроматографии. Изотермы сорбции.
98. Теория теоретических тарелок.
99. Кинетическая теория в хроматографии. Оптимальная скорость потока.
100. Хроматографические колонки. Насадочные колонки и способы их приготовления. Твердые носители; неподвижные фазы и их свойства; эффективность и селективность колонок.
101. Термические характеристики пищевых продуктов функционального и специализированного назначения.
102. Статистическая обработка экспериментальных данных по термическим свойствам пищевых продуктов функционального и специализированного назначения.
103. Организация контроля качества на основании анализа данных по термическим свойствам пищевых продуктов.
104. Формирования критериев оценки качества продуктов функционального и специализированного назначения, основанных на их термических характеристиках.
105. Реологические свойства пищевых продуктов функционального и специализированного назначения.
106. Статистическая обработка экспериментальных данных по вязкости, предельному сдвиговому напряжению.
107. Анализ технологии производства пищевых продуктов функционального и специализированного назначения по их реологическим характеристикам.
108. Статистический анализ реологических данных, полученных при различных условиях эксперимента.
109. Реологические характеристики пищевых продуктов функционального и специализированного назначения, представляющих собой пасты, гели, суспензии и эмульсии.
110. Статистическая обработка экспериментальных данных по молекулярной массе продуктов функционального и специализированного назначения, имеющих макромолекулярное строение
111. Гель-проникающая хроматография в производстве полисахаридов.
112. Экспрессный метод анализа коллагеновых белков методом гель-проникающей хроматографии.
113. Статистические базы данных по хроматографии пищевых продуктов функционального и специализированного назначения.
114. Молекулярная масса синтетических высокомолекулярных соединений как результат вероятностных процессов, происходящих в полимеризационной системе.

К зачету допускаются студенты, выполнившие все формы текущего контроля. При сдаче зачета студент получает три вопроса из перечня, приведенного выше.

Время подготовки студента к устному ответу на вопросы - до 40 мин.

**4 Методические материалы для определения процедур оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций**

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в соответствии с требованиями СТО СПбГТИ(ТУ) 016-2015. КС УКВД. Порядок проведения зачетов и экзаменов.