



# Інструментальні методи хімічного аналізу

## Робоча програма навчальної дисципліни (Силабус)

### Реквізити навчальної дисципліни

Рівень вищої освіти	<i>Перший (бакалаврський)</i>
Галузь знань	<i>16 Хімічна та біоінженерія</i>
Спеціальність	<i>161 Хімічні технології та інженерія</i>
Освітня програма	<i>Хімічні технології неорганічних і органічних зв'язуючих та композиційних матеріалів</i>
Статус дисципліни	<i>Вибіркова</i>
Форма навчання	<i>змішана</i>
Рік підготовки, семестр	<i>3 курс, осінній семестр</i>
Обсяг дисципліни	<i>4 кредити</i>
Семестровий контроль/ контрольні заходи	<i>Залік (усний)</i>
Розклад занять	<i>Лекція 2 години на тиждень (1 пара), лабораторні заняття 2 години на 2 тижні (1 пара) за розкладом на rozklad.kpi.ua</i>
Мова викладання	<i>Українська/Англійська</i>
Інформація про керівника курсу / викладачів	Лектор: <i>д.т.н., професор Черняк Лев Павлович, <a href="mailto:lpchernyak@ukr.net">lpchernyak@ukr.net</a></i> Лабораторні заняття: <i>асистент Сікорський Олексій Олексійович, <a href="mailto:alexey.sikorskiy@ukr.net">alexey.sikorskiy@ukr.net</a> <sup>1</sup></i>
Розміщення курсу	<i>Google Classroom (Google G Suite for Education, домен LLL.kpi.ua, платформа Sikorsky-distance); доступ за запрошенням викладача</i>

### Програма навчальної дисципліни

#### 1. Опис навчальної дисципліни, її мета, предмет вивчення та результати навчання

Сучасні інструментальні методи аналізу використовуються для дослідження структури силікатної сировини та матеріалів з неї. Реалізація цих методів базується на застосуванні відповідних приладів та устроїв. Знання цих методів та принципів використання обладнання є необхідною умовою підготовки спеціалістів галузі.

Предметом дисципліни є основні методи та обладнання для інструментального аналізу складу та структури силікатних систем.

Мета навчальної дисципліни.

Метою навчальної дисципліни є формування у студентів **ЗДАТНОСТЕЙ**:

- знання сучасних методів і можливостей інструментального аналізу силікатів (КЗП-6);
- здатність обирати методи аналізу, що забезпечують достовірну оцінку складу і структури силікатів (КЗП-2);
- здатність використовувати професійно-профільовані знання в напрямку дослідження силікатних матеріалів і композитів (КЗП-4).

Основні завдання навчальної дисципліни.

Згідно з вимогами освітньо-професійної програми студенти після засвоєння навчальної дисципліни мають продемонструвати такі результати навчання:

**знання:**

- напрямків і різновидів аналізу сировини і в'язучих речовин,
- основних інструментів і приладів, їх аналітичних можливостей,
- методики підготовки зразків і проведення аналізу,
- основ системного аналізу отриманих результатів.

**уміння:**

- визначати раціональні методи аналізу силікатних матеріалів;
- підготовки зразків відповідно до методики конкретного інструментального аналізу;
- проведення аналізу і обробки отриманих результатів.

**досвід:**

- використання сучасних нормативних методів інструментального аналізу силікатних матеріалів для визначення їх складу і структури розрахункових і аналітичних методів визначення питимих витрат;
- проведення аналізу силікатних матеріалів із застосуванням комплексу

взаємодоповнюючих

методів, інструментів і приладів.

## 2. Пререквізити та постреквізити дисципліни (місце в структурно-логічній схемі навчання за відповідною освітньою програмою)

Зазначається перелік дисциплін, знань та умінь, володіння якими необхідні студенту для успішного засвоєння дисципліни:

Загальна та неорганічна хімія	Хімічні елементи та оксиди як складові мінералогічного складу силікатної сировини та матеріалів.
Аналітична хімія	Методи та методики визначення хімічного складу силікатної сировини та матеріалів.
Фізика	Фізичні засади перетворень силікатів під впливом механічної та теплової енергії.

### **Перелік дисциплін, які базуються на результатах навчання з даної дисципліни.**

Дисципліни, які базуються на результатах навчання: дисципліни циклу професійної підготовки, в рамках яких передбачена обробка та аналіз експериментальних даних про склад та структуру силікатної сировини та матеріалів як основи для оптимізації технологічних процесів виробництва.

### **3. Зміст навчальної дисципліни**

Вступ - Призначення та різновиди інструментальних методів хімічного аналізу.

Розділ 1. Термічний аналіз силікатів.

Тема 1. Методи термічного аналізу.

Фізико-хімічні засади методу термічного аналізу. Термохімічні реакції речовин. Зміни маси та термічні ефекти. Різновиди та комплексність методу. Дериватограф – складові частини та принцип дії. і техніка проведення ДТА. Сфери застосування ДТА.

Тема 1.1 - Диференційно-термічний аналіз.

Методика термічного аналізу силікатів. Розшифровка кривих диференційно-термічного аналізу. Якісний фазовий аналіз. Кількісний фазовий аналіз. Фактори, що впливають на результати ДТА. Застосування ДТА в хімічній технології силікатів

Розділ 2. Рентгенівський аналіз силікатів.

Тема 2. Фізико-хімічні основи рентгенівського аналізу.

Історія створення та розвиток методу. Дифракція рентгенівських променів. Рентгеноструктурний і рентгенофазовий аналізи. Дифрактометр і техніка проведення рентгенівського аналізу силікатів. Підготовка зразків та методи зйомки дифрактограм.

Тема 2.1. Якісний і кількісний рентгенофазовий аналіз.

Розшифрування та аналіз дифрактограм. Характерні піки кристалічних фаз і прояви склофази. Аналіз складу сировини та матеріалів. Застосування рентгенівського аналізу в хімічній технології силікатів.

Розділ 3. Мікроскопічний аналіз силікатів.

Тема 3. Оптична мікроскопія.

Оптична та електронна мікроскопія. Створення оптичного мікроскопу та напрямки застосування. Основні характеристики оптичних мікроскопів та їх устрій. Виготовлення препаратів. Методи дослідження препаратів. Технічна петрографія.

Тема 4. Електронна мікроскопія.

Створення та вдосконалення електронних мікроскопів. Основні характеристики електронних мікроскопів та їх устрій. Типи електронних мікроскопів. Виготовлення та методи дослідження препаратів. Особливості і переваги використання скануючи (растрових) мікроскопів.

Розділ 4. Інфрачервона спектроскопія силікатів.

Тема 5. Молекулярна спектроскопія. .

Загальні положення. Електромагнітний спектр. Молекулярні спектри. Закони поглинання. Спектри поглинання. Коливання багатоатомних молекул. Характеристичні частоти.

Тема 6. Методи систематизації статистичного матеріалу.

ІЧ-спектроскопія. Апаратура та принцип її дії. Приготування зразків для аналізу. Інтерпретація ІЧ-спектрів. Застосування ІЧ-спектроскопії при вивченні силікатних матеріалів.

#### **4. Навчальні матеріали та ресурси**

Навчальні матеріали, зазначені нижче, доступні у бібліотеці університету та у бібліотеці кафедри хімічної технології композиційних матеріалів. Обов'язковою до вивчення є базова література, інші матеріали – факультативні. Розділи та теми, з якими студент має ознайомитись самостійно, викладач зазначає на лекційних та лабораторних заняттях.

##### **Базова:**

1. Горшков В.С., Тимашев В.В., Савельев В.Г. Методы физико-химического анализа вяжущих веществ. -М.: Высшая школа, 1981. – 334 с.

2. Свідерський В.А. Інструментальні методи хімічного аналізу силікатних систем / В.А. Свідерський, Л.П. Черняк, В.Г. Сальник, В.М. О.О. Сікорський, Дорогань Н.О. // Навчальний посібник з грифом НТУУ «КПІ ім. І. Сікорського». – К.: Політехніка. – 2017. – 172 с.

3. Горшков В.С. Термография строительных материалов. -М.: Стройиздат,1968. -201 с.

4. Плюснина И.И. Инфракрасные спектры силикатов. – М.: Изд.МГУ,1967. – 189с.

5. Горелик С.С., Расторгуев Л.М., Скаков Ю.М. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. –М.: Металлургия,1970. – 120 с.

##### **Додаткова**

6. Перепелицин В.А. Основы технической минералогии и петрографии. – М.: Недра, 1987. – 255 с.

7. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии. – М.: Мир, 1972. – 132с.
8. Методичні вказівки до лабораторних занять по курсу „Основы научных исследований” . – К.:КПІ, 1988. – 62с. М.: Недра, 1987. – 255 с.
9. ДСТУ Б А.1.1-10-94. Метод мікроскопічного кількісного аналізу структури матеріалів. Терміни та визначення. – Введ. 01.10.94. – К.: Держ-коммістобудування України,1994. – 36 с.
10. ДСТУ Б А.1.1-9-94. Метод електронної мікроскопії матеріалів. Терміни та визначення. – Введ. 01.10.94. – К.: Держкоммістобудування України,1994. – 29 с.
11. ДСТУ Б А.1.1-8-94. Метод рентгеноструктурного аналізу матеріалів. Апаратурне оформлення. Терміни та визначення. – Введ. 01.10.94. – К.: Держкоммістобудування України,1994. – 33 с.
12. ДСТУ Б А.1.1-8-94. Метод термічного аналізу матеріалів. Терміни та визначення. – Введ. 01.10.94. – К.: Держкоммістобудування України,1994. – 36 с.
13. Звягін Б.Б. Електронографія і структурна кристалографія глинистих мінералів. –М.: Наука, 1964. –282с.
14. Калинин С.К., Файн Э.С. Спектральный анализ минерального сырья. –Алма-Ата: Изд-во АН КазССР, 1962. –105 с.
15. Рамачандран В.С. Применение дифференциально-термического анализа в химии цемента. – М.: Стройиздат, 1977. – 407с.
16. Круглицкий Н.Н., Агабальянц Э.Г. Методы физико-химического анализа промывочных жидкостей. – К.: Техніка, 1972. – 160 с.

#### **Інформаційні ресурси**

17. Дистанційний курс Google G Suite for Education. Режим доступу: Google Classroom (Google G Suite for Education, домен LLL.kpi.ua, платформа Sikorsky-distance); код доступу - за запрошенням викладача.

### **Навчальний контент**

#### **5. Методика опанування навчальної дисципліни (освітнього компонента)**

##### **Лекційні заняття**

Вичитування лекцій з дисципліни проводиться паралельно з виконанням студентами лабораторних робіт та розглядом ними питань, що виносяться на самостійну роботу. При читанні лекцій застосовуються засоби для відеоконференцій (Google Meet, Zoom тощо) та ілюстративний матеріал у вигляді презентацій, графіків та рисунків, які розміщені на платформі Sikorsky-distance [17]. Після кожної лекції рекомендується ознайомитись з матеріалами, рекомендованими для самостійного вивчення, а перед наступною лекцією – повторити матеріал попередньої.

<b>№</b>	<b>Дата</b>	<b>Опис заняття</b>
1		Вступ – Призначення та різновиди інструментальних методів хімічного аналізу. Вимірювання та інструменти. Метрологічні засади інструментального аналізу. Точність і похибка вимірювання. Основні методи і значення інструментального хімічного аналізу силікатів.
2		Розділ 1. Тема 1 – Методи термічного аналізу. Фізико-хімічні засади методу термічного аналізу. Термохімічні реакції речовин. Зміни маси та термічні ефекти. Різновиди та комплексність методу. Дериватограф – складові частини та принцип дії. і техніка проведення ДТА. Сфери застосування ДТА.
3		Продовження теми 1: Методика термічного аналізу силікатів. Розшифровка кривих диференційно-термічного аналізу. Якісний фазовий аналіз. Кількісний фазовий аналіз. Фактори, що впливають

		на результати ДТА. Застосування ДТА в хімічній технології силікатів
4		Розділ 2. Тема 2 – Рентгенівський аналіз. Історія створення та розвиток методу.. Дифракція рентгенівських променів. Рентгеноструктурний і рентгенофазовий аналізи. Дифрактометр і техніка проведення рентгенівського аналізу силікатів. Підготовка зразків та методи зйомки дифрактограм.
5		Продовження теми 2: Розшифрування та аналіз дифрактограм. Характерні піки кристалічних фаз і прояви склофази. Аналіз складу сировини та матеріалів. Застосування рентгенівського аналізу в хімічній технології силікатів.
6		Розділ 3. Тема 3. – Мікроскопічний аналіз. Оптична та електронна мікроскопія. Створення оптичного мікроскопу та напрямки застосування. Основні характеристики оптичних мікроскопів та їх устрій. Виготовлення препаратів. Методи дослідження препаратів. Технічна петрографія.
7		Теми 4. – Електронна мікроскопія. Створення та вдосконалення електронних мікроскопів. Основні характеристики електронних мікроскопів та їх устрій. Типи електронних мікроскопів. Виготовлення та методи дослідження препаратів. Особливості і переваги використання скануючи (растрових) мікроскопів.
8		Розділ 4. Тема 5: Спектральний аналіз. Молекулярна спектроскопія. Загальні положення. Електромагнітний спектр. Молекулярні спектри. Закони поглинання. Спектри поглинання. Коливання багатоатомних молекул. Характеристичні частоти.
9		Продовження теми 5: ІЧ-спектроскопія. Апаратура та принцип її дії. Приготування зразків для аналізу. Інтерпретація ІЧ-спектрів. Застосування ІЧ-спектроскопії при вивченні силікатних матеріалів.

### Лабораторні заняття

Метою лабораторних робіт є закріплення теоретичних знань, отриманих на лекціях та в процесі самостійної роботи з літературними джерелами, в ході вивчення навчальної дисципліни «Інструментальні методи хімічного аналізу». Тематика лабораторних робіт спрямована на ознайомлення з обладнанням, та набуття практичних навичок аналізу складу та структури силікатів.

Тиждень	Тема	Опис запланованої роботи
1	Дериватограф як основний інструмент термічного аналізу.	Знайомство з дериватографом. Його можливості, технічні характеристики. Приготування зразків для зйомки, встановлення режимів і зйомка дериватограм.
2		Захист роботи
3	Практичні елементи термічного аналізу силікатів.	Аналіз і розшифровка дериватограм. Якісний термічний аналіз. Характерні ефекти пороудоутворюючих мінералів.
4		Захист роботи

5	Аналіз фізико-хімічних процесів при термічній обробці силікатів.	Кількісний аналіз силікатів, визначення ентальпії процесів при термообробці, енергії активації окремих процесів.
6		Захист роботи
7	Дифрактометр як основний інструмент рентгенівського аналізу.	Знайомство з рентгенівським апаратом ДРОН-1,5. Методи підготовки зразків. Зйомка дифрактограм та її аналіз.
8		Захист роботи
9	Практичні елементи рентгенівського аналізу силікатів.	Визначення на дифрактограмах основних породоутворюючих мінералів і фаз силікатних матеріалів.
10		Захист роботи
11	Рентгенофазовий аналіз цементу.	Визначення вмісту вільних СаО в клінкері та Са(ОН) <sub>2</sub> в цементному камені.
12		Захист роботи
13	ІЧ-спектрометр як основний інструмент спектрального аналізу.	Знайомство з ІЧ-спектрометром та методом підготовки зразків до зйомки. Зйомка та розшифровка ІЧ-спектрів.
		Захист роботи
14	Захист розрахункової роботи	
15	Практичні елементи ІЧ-спектрометрії силікатів.	Якісна спектроскопія. Аналіз та ідентифікація незнайомої сполуки. Визначення класу силікатів. Визначення впливу катіонів на ІЧ-спектри силікатів.
16		Захист роботи
17	Мікроскопи як інструменти аналізу складу та структури силікатів.	Знайомство з мікроскопами та камерою для наплення. Аналіз структури силікатів, якісна оцінка ступеню гідратації і структури клінкерних матеріалів.
18		Захист роботи

## 6. Самостійна робота студента

Самостійна робота студента (СРС) протягом семестру включає повторення лекційного матеріалу, підготовку до лабораторних занять, оформлення звітів, підготовка до захисту лабораторних робіт, підготовка до модульної контрольної роботи та до екзамену. Рекомендована кількість годин, яка відводиться на підготовку до зазначених видів робіт:

Вид СРС	Кількість годин на підготовку
Підготовка до аудиторних занять: повторення лекційного матеріалу, оформлення протоколів з лабораторних робіт та підготовка до їх захисту	1 – 2 години на тиждень
Виконання домашньої контрольної роботи	10 годин
Підготовка до МКР (повторення матеріалу)	6 години
Підготовка до екзамену	30 годин

## 7. Політика навчальної дисципліни (освітнього компонента)

У звичайному режимі роботи університету лекції та лабораторні роботи проводяться в навчальних аудиторіях. У змішаному режимі лекційні заняття проводяться через платформу дистанційного навчання Сікорський, лабораторні роботи – у лабораторіях навчального корпусу. У дистанційному режимі всі заняття проводяться через платформу дистанційного навчання Сікорський. Відвідування лекцій та лабораторних робіт є обов'язковим.

На початку кожної лекції проводиться опитування за матеріалами попередньої лекції із застосуванням інтерактивних засобів (Google Forms тощо). Перед початком чергової теми лектор може надсилати питання із застосуванням інтерактивних засобів з метою визначення рівня обізнаності здобувачів за даною темою та підвищення зацікавленості.

### Правила захисту лабораторних робіт:

1. До захисту допускаються студенти, які виконали роботу та оформили протокол.
2. На захист виносяться питання, що стосуються теоретичних засад та особливостей методики виконання даної роботи.
3. Виконання роботи та її захист оцінюється згідно РСО та виставляється загальна оцінка і робота вважається захищеною.
4. Несвоєчасні захист і виконання роботи без поважної причини штрафуються відповідно до правил призначення заохочувальних та штрафних балів.

### Правила призначення заохочувальних та штрафних балів:

1. Несвоєчасне виконання лабораторної роботи без поважної причини штрафуються 1 балом;
2. Несвоєчасний захист роботи без поважної причини штрафуються 1 балом;
3. Відсутність на модульній контрольній роботі без поважної причини штрафуються 1 балом;
4. За кожний тиждень запізнення з поданням домашньої контрольної роботи на перевірку нараховується 1 штрафний бал (але не більше 5 балів).
5. За активну роботу на лекції та лабораторному занятті нараховується до 1 заохочувального балу (але не більше 10 балів на семестр).

## 8. Види контролю та рейтингова система оцінювання результатів навчання (РСО)

Види контролю встановлюються відповідно до Положення про поточний, календарний та семестровий контроль результатів навчання в КПІ ім. Ігоря Сікорського:

1. Поточний контроль: експрес-опитування на лабораторних заняттях, МКР та ДКР.
2. Календарний контроль: проводиться двічі на семестр як моніторинг поточного стану виконання вимог силабусу.
3. Семестровий контроль: письмовий екзамен.

### **Рейтингова система оцінювання результатів навчання**

**1. Рейтинг студента** з кредитного модуля розраховується виходячи із 100-бальної шкали, з них **52 бали** складає стартова шкала. **Стартовий рейтинг** (протягом семестру) складається з балів, що студент отримує за:

- написання модульної контрольної роботи (експрес-контрольні роботи 4 роботи);
- виконання лабораторних робіт (9 робіт);
- виконання домашньої контрольної роботи.

### **2. Критерії нараховування балів.**

#### **2.1. Модульна контрольна робота**

Ваговий бал – 3. Модульна контрольна робота складається з чотирьох частин (відповідно до кожного з розділів). Максимальна кількість балів за контрольні роботи дорівнює:  $3 \text{ бали} \times 4 = 12 \text{ балів}$

- «відмінно» – повна відповідь (не менше 90% потрібної інформації) – 3 бали;
- «добре» – достатньо повна відповідь (не менше 75% потрібної інформації) або повна відповідь з незначними неточностями – 2 бали;
- «задовільно» – неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації) та незначні помилки – 1 бал;
- «незадовільно» – відповідь не відповідає вимогам до «задовільно» – 0 балів

## **2.2. Виконання лабораторних робіт**

Ваговий бал – 3. Максимальна кількість балів на усіх лабораторних заняттях дорівнює :  $3 \text{ бали} \times 9 = 27 \text{ балів}$

- «відмінно» – безпомилкове виконання та оформлення аудиторного та домашнього завдання – 3 бали;
- «добре» – вірне в цілому виконання з незначними недоліками в оформленні, або помилковим виконанням окремих елементів роботи – 2 бали;
- «задовільно» – вірне виконання роботи після навідної допомоги викладача або проведення роботи зі значущими помилками, які підлягають виправленню – 1 бал;
- «незадовільно» - робота не виконана або не захищена – 0 балів.

## **2.3. Домашня контрольна робота (ДКР) оцінюється із 13 балів за такими критеріями:**

- «відмінно» – творчий підхід до розкриття проблеми – 13-11 балів;
- «добре» – глибоке розкриття проблеми, відображена власна позиція – 11-10 балів;
- «задовільно» – обґрунтоване розкриття проблеми з певними недоліками – 10-8 балів;
- «незадовільно» – завдання не виконане, ДКР не захищено – 0 балів.

За кожний тиждень затримки із поданням домашньої контрольної роботи нараховуються штрафні –2 бали (усього не більше – 8 балів). Наявність позитивної оцінки з ДКР є умовою допуску до залікової контрольної роботи.

3. Умовою позитивної першої атестації є отримання не менше 8 балів та виконання всіх лабораторних робіт (на час атестації) за умови написання одної частини модульної контрольної роботи. Умовою позитивної другої атестації – отримання не менше 22 балів, виконання всіх лабораторних робіт (на час атестації) за умови зарахування не менше двох частин модульної контрольної роботи.

4. Умовою допуску до екзамену є зарахування всіх лабораторних робіт, зарахування не менше двох частин модульної контрольної роботи та стартовий рейтинг не менше 26 балів.

5. На екзамені студенти виконують письмову контрольну роботу. Кожне завдання містить два теоретичних запитання (завдання) і одне практичне. Перелік запитань наведений у Рекомендаціях до засвоєння кредитного модуля. Кожне запитання (завдання) оцінюється у 16 балів за такими критеріями:

- «відмінно», повна відповідь, не менше 90% потрібної інформації, що виконана згідно з вимогами до рівня «умінь», (повне, безпомилкове розв'язування завдання) – 16-15 балів;
- «добре», достатньо повна відповідь, не менше 75% потрібної інформації, що виконана згідно з вимогами до рівня «умінь або є незначні неточності (повне розв'язування завдання з незначними неточностями) – 14-12 балів;
- «задовільно», неповна відповідь, не менше 60% потрібної інформації, що виконана згідно з вимогами до «стереотипного» рівня та деякі помилки (завдання виконане з певними недоліками) – 11-10 балів;



– «незадовільно», відповідь не відповідає умовам до «задовільно» – 0 балів.

6. Сума стартових балів та балів за екзаменаційну контрольну роботу переводиться до екзаменаційної оцінки згідно з таблицею:

Таблиця відповідності рейтингових балів оцінкам за університетською шкалою:

Кількість балів	Оцінка
100-95	Відмінно
94-85	Дуже добре
84-75	Добре
74-65	Задовільно
64-60	Достатньо
Менше 60	Незадовільно
Не виконані умови допуску	Не допущено

**9. Додаткова інформація з дисципліни (освітнього компонента)**

- Вимоги до оформлення звіту з лабораторних робіт, перелік запитань до МКР, ДКР та екзамену наведені у Google Classroom «Інструментальні методи хімічного аналізу» (платформа Sikorsky-distance).

**Робочу програму навчальної дисципліни (силабус):**

Складено професором кафедри хімічної технології композиційних матеріалів, д.т.н. проф. Черняк Л.П.

**Ухвалено** кафедрою хімічної технології композиційних матеріалів (протокол № 5 від 4.11.2020 р.)

**Погоджено** Методичною комісією факультету (протокол № 2 від 14.10.2020 р.)