

МИНОБРНАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

Аннотированная рабочая программа дисциплины

Методы изучения каталитических систем

Часть 1. Методы исследования каталитических систем

Часть 2. Метод термического анализа в исследовании
катализаторов и сорбентов

Специальность

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Квалификация (степень) выпускника

Специалист

Форма обучения

очная

Томск 2016

1. Код и наименование дисциплины (модуля) Б1.В.ДВ.1.5. «Методы изучения каталитических систем». Часть.1. Методы исследования каталитических систем.

2. Цель изучения дисциплины (модуля)

Цель курса: знакомство с современными методами определения основных характеристик, которые необходимы для изучения физико-химических и функциональных свойств катализаторов (размер, морфология, дисперсия носителя, атомная структура, химический состав, степень окисления элементов и т.д.) и особенностей поверхности катализаторов (поверхностная атомная реконструкция, фасетирование, адсорбированные соединения, центры адсорбции, степень окисления, организация и характеристики наночастиц на поверхности и т.д.).

3. Год/годы и семестр/семестры обучения.

5 год, 1 семестр.

4. Общая трудоемкость дисциплины (модуля) составляет **1** зачетная единица, **36** часов, из которых **18** часов составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (**10** часа – занятия лекционного типа, **8** часов – занятия семинарского типа) **18** часов составляет самостоятельная работа обучающегося.

5. Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (заполняется в соответствии с картами компетенций)

Формируемые компетенции (код компетенции, уровень (этап) освоения)	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)
<p>ОПК-2 владение навыками химического эксперимента, синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций</p>	<p>З(ОПК-2) – II Знать: принципы основных методов изучения локального элементного анализа и микроструктуры поверхности каталитических систем; об основных физических процессах, протекающих при взаимодействии электронных и ионных зондов с объектом; о методах проверки правильности и способах определения реальных метрологических характеристик методов локального анализа и анализа поверхности.</p> <p>У (ОПК-2) – II Уметь: использовать необходимые методы для исследования поверхности катализаторов; самостоятельно интерпретировать результаты основных методов локального анализа и анализа поверхности; осуществлять самостоятельный выбор адекватного метода анализа в зависимости от характеристик исследуемого катализатора.</p>
<p>СК-4, II уровень способность применять основные</p>	<p>З (СК-4) – II Знать: специфику катализаторов</p>

<p>закономерности физической химии при решении конкретных задач химии и химической технологии, в том числе, синтеза и изучения функциональных свойств адсорбентов, катализаторов и других твердых тел, с применением современных методов исследования. Уметь проводить термодинамические расчеты химических процессов (включая методы квантовой механики), исследовать кинетику и механизм химических реакций с целью их научного и практического применения.</p>	<p>(наноматериалов) как объектов анализа; об основных физических процессах, возникающих при взаимодействии электронных и ионных зондов с объектом; иметь представление о физико-химических процессах, происходящих на поверхности; возможности и основные характеристики методов возможности и основные характеристики методов оже-спектроскопии, рентгенофотоэлектронной спектроскопии, масс-спектрометрии вторичных ионов и электронно-зондового рентгеноспектрального анализа, рассеивание ионов малых энергий, дифракции медленных электронов, туннельной электронной микроскопии, просвечивающей электронной микроскопии, растровой электронной микроскопии; основные методы подготовки объектов к исследованиям;</p> <p>У (СК-4) – II Уметь:</p> <p>формулировать задачи для проведения исследований химического состава и микроструктуры каталитических систем; самостоятельно интерпретировать результаты основных методов локального анализа химического состава и микроструктуры поверхности катализаторов; самостоятельно готовить объекты для исследования; использовать приобретенные знания при решении профессиональных задач; работать с учебной и научной литературой; применять теоретические и практические представления при обсуждении результатов исследований микроструктуры и элементного состава поверхности и использовать их для решения фундаментальных и прикладных задач.</p>
---	--

6. Содержание дисциплины (модуля) и структура учебных видов деятельности
6.1 Структура учебных видов деятельности

Наименование разделов и тем	Всего (час.)	Контактная работа (час.)		Самостоятельная
		Лекции	Практические	

			ие занятия	работа (час.)
Особенности строения поверхности катализаторов. Структура поверхности, кристаллография поверхности, термодинамика и адсорбционные характеристики	4	2		2
Методы изучения микроструктуры поверхности LEED. SXRD. GISAXS	5	1	2	2
Исследование морфологии поверхности STM. AFM.	3	1		2
Микроскопические методы анализа микроструктуры материалов (РЭМ, ПЭМ)	8	2	2	4
Определение элементного состава. Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия, спектроскопия характеристических потерь энергии электронов.	4	2		2
Спектроскопические методы. XPS. AES. LEIS.	7	2	2	3
Анализ методов изучения катализаторов. Преимущества и недостатки	5		2	3
	36	10	8	18

6.2. Содержание дисциплины

Тема 1. Особенности строения нанокompозитных материалов и поверхности катализаторов. Структура поверхности, кристаллография поверхности, термодинамика и адсорбционные характеристики

Основные представления о кристаллографии поверхности. Соотношение между поверхностью и объемной решеткой, описание 2D-решеток. Характеристики плоскостей. Термодинамика равновесного состояния поверхности. Понятие поверхностной энергии, вицинальные и реконструированные поверхности.

Краткие представления об адсорбция. Адсорбция на поверхности, сопровождающаяся перестройкой поверхности, понятие супер-структуры. Обозначения для поверхностных реконструкций и / или адсорбированных молекул.

Тема 2. Методы изучения микроструктуры поверхности LEED. SXRD. GISAXS

Знакомство с методами, описывающими поверхность в обратном пространстве понятие дифракции / рассеяния. LEED – дифракция электронов низких энергий. Характеристики процессов при взаимодействии электронов низкой энергии. Анализа поверхностных реконструкций, примеры LEED исследований каталитических поверхностей. SXRD. Поверхностная рентгеновская дифракции. Знакомство с особенностями метода, понятие критического угла. Будут рассмотрены причины необходимости синхротронного излучения. GISAXS. Метод малоуглового рассеяния рентгеновских лучей. Метод будет проиллюстрирован к изучению металлических наночастиц, нанесенных на различные носители.

Тема 3. Исследование морфологии поверхности STM. AFM.

Общий принцип сканированной зондовой микроскопии. Принцип действия сканирующего электронного микроскопа. Рассмотрен принцип сканирующей туннельной микроскопии и режимы его работы (постоянный ток и постоянная высота). Рассмотрены методы калибровки и зависимость изображения от формы зонда. Особенности пробоподготовки. Примеры, иллюстрирующие информацию о материале, характеристика поверхностей конструкций в различных условиях, чувствительность поверхности к адсорбции. АСМ- Атомно-силовая микроскопия принципы и преимущества. Влияние наконечника на получаемые изображения поверхности.

Тема 4. Микроскопические методы анализа микроструктуры материалов (РЭМ, ПЭМ)

Взаимодействие электронов с веществом. Принципы растровой электронной микроскопии и ее применение. Формирование изображения в растровом электронном микроскопе. Темнопольная растровая электронная микроскопия с регистрацией высокоугловых рассеянных электронов. Принцип действия и растрового электронного микроскопа с энергодисперсионным анализатором. Просвечивающий электронный микроскоп. Основные узлы электронного микроскопа. Формирование изображения в электронном микроскопе и контраст. Разрешающая способность. Способы детектирования. Методика постановки и проведения эксперимента. Пробоподготовка. Особенности приготовления тонких фольг, реплик для порошковых материалов и полимерных материалов. Применение ПЭМ к исследованию структуры и микрофазового состава наноматериалов.

Тема 5. Определение элементного состава. Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия, спектроскопия характеристических потерь энергии электронов.

Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия. Эмиссия характеристического рентгеновского излучения. Рентгеновские детекторы. Методика анализа с помощью энергодисперсионного рентгеновского спектрометра. Количественный анализ элементного состава поверхности и его особенности. Метод картирования элементного состава поверхности. Спектроскопия характеристических потерь энергии электронов. Физические основы метода СХПЭЭ. Дисперсия электронов по энергии. Последовательное и параллельное детектирование спектра. Особенности анализа методом СХПЭЭ. Режимы анализа. Пределы обнаружения при анализе методом СХПЭЭ. Анализ спектров потерь энергии электронов.

Тема 6. Спектроскопические методы. XPS. AES. LEIS.

Методы достижения локальности в химическом анализе. Взаимодействие электронных и ионных пучков с твердым телом. Вторичная электронная эмиссия, оже-электронная эмиссия, эмиссия вторичных ионов. Оже-электронная спектроскопия. Вакуумные условия. Принципы электронной спектроскопии. Качественный и количественный химический анализ. Типичные применения для анализа нанослоев и функциональных материалов. Рентгенофотоэлектронная спектроскопия. Внешний фотоэффект. Энергия связи. Принципы определения формы нахождения элементов – химический сдвиг. Качественный и количественный химический анализ. Масс-спектрометрия вторичных ионов. Принципы действия масс-спектрометров, основные типы масс-сепараторов. Масс-спектрометр вторичных ионов. Основные элементы. Основные физические процессы при взаимодействии ионных пучков с твердым телом. Локальность определений. Количественный распределительный анализ. LEIS, рассеивание ионов малых энергий. Определение химического состава поверхности.

Тема 7. Анализ методов изучения катализаторов. Преимущества и недостатки

Анализируются преимущества и недостатки разобранных методов изучения поверхности катализаторов. Рассматриваются конкретные примеры изучения материалов.

6.3. Форма промежуточной аттестации зачет

7. Ресурсное обеспечение:

Перечень основной литературы.

1. Reimer L. Scanning Electron Microscopy Physics of image formation and Microanalysis. Springer Verlag. Springer Series in Optical Sciences, 2010. – 529 p.
2. Bauer, E. Surface microscopy with low energy electrons. Springer New York, 2014. – 496 p.
3. Физикохимия поверхности : [учебник-монография] /В. И. Ролдугин. - Долгопрудный : Издательский дом «Интеллект», 2011. – 565 с.

Дополнительная литература:

1. Материаловедение : [учебник для студентов технических направлений] /В.Н. Гадалов, С.В. Сафонов, Д.Н. Романенко [и др.] Москва : Аргмак-Медиа [и др.] , 2014, 272 с.
2. Введение в физику поверхности /К. Оура, В.Г. Лифшиц, А.А. Саранин, А.В. Зотов, М. Катаяма ; [отв. ред. В.И. Сергиенко] ; Ин-т автоматизации и процессов упр. ДВО РАН. – М. : Наука.ю 2006. – 490 с.
 - Синдо Д., Оикава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. – М.: Техносфера, 2006. – 256 с.
 - Карнаухов А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука, 1999. 470 с.
<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000343275/000343275.pdf>
 - Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов.-М.:Мир, 1968. – 574 с.
 - Утевский Л.М. Дифракционная микроскопия в материаловедении. – М. : Металлургия, 1973. – 584 с.

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети Интернет.

ScienceDirect [Electronic resource] / Elsevier B.V. – Electronic data. – Amsterdam, Netherlands, 2016. – URL: <http://www.sciencedirect.com/>

Издательство «Лань» [Электронный ресурс] : электрон.-библиотечная система. – Электрон. дан. – СПб., 2010- . – URL: <http://e.lanbook.com/>

Институт дистанционного образования, 2007. – URL: http://ido.tsu.ru/iop_res2/kvantmeh/ (дата обращения: 01.10.2016)

Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU [Электронный ресурс]. – Электрон. дан. – М., 2000. – URL: <http://elibrary.ru/>

Издательство «Юрайт» [Электронный ресурс] : электрон.-библиотечная система. – Электрон. дан. – М., 2013. – URL: <http://www.biblio-online.ru/>

8. Преподаватель (преподаватели).

Автор (ы) д.ф.м.н., доцент И.А. Курзина

ЧАСТЬ 2

1. Код и наименование дисциплины Б1.В.ДВ.1.5. . «Методы изучения каталитических систем».

Ч.2 Метод термического анализа в исследовании катализаторов и сорбентов

2.Цель изучения дисциплины

Целями освоения модуля 2 «Метод термического анализа в исследовании катализаторов и сорбентов» являются:

- ознакомить слушателей с теоретическими основами и практическим применением термического анализа в исследовании катализаторов и сорбентов,
- приобретение практических навыков исследования катализаторов с использованием методов термического анализа.

3. Год/годы и семестр/семестры обучения

Программа рассчитана на изучение дисциплины «Метод термического анализа в исследовании катализаторов и сорбентов» на 5-ом году обучения в специалитете в течение одного (9-го) семестра.

4. Общая трудоемкость (модуля) составляет **1** зачетная единица, **36** часов, из которых **18** часов составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (**12** часов – занятия лекционного типа, **6** часов – занятия семинарского типа) **18** часов составляет самостоятельная работа обучающегося.

5. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Формируемые компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине
(СК-4), II уровень – способность применять основные закономерности физической химии при решении конкретных задач химии и химической технологии, в том числе, синтеза и изучения функциональных свойств адсорбентов, катализаторов и других твердых тел, с применением современных методов исследования. Уметь проводить термодинамические расчеты химических процессов (включая методы квантовой механики), исследовать кинетику и механизм химических реакций с целью их научного и практического применения.	З (СК-4) – Знать: – особенности строения и свойства сорбентов и катализаторов, принципы выбора системы и метода постановки исследований методами термического анализа (термогравиметрия, сканирующая калориметрия и тд.), теоретические основы методов, границы их применения. У(СК-4) – II Уметь: – разрабатывать общую методологию экспериментальных исследований катализаторов и сорбентов с использованием методов термического анализа. В (СК-4) – III Владеть – подходами обработки и интерпретации результатов термического анализа и практическими навыками проведения исследований с использованием методов термического анализа.

6. Содержание дисциплины и структура учебных видов деятельности

6.1. Структура учебных видов деятельности

№ п/п	Наименование разделов и тем	Всего часов	Неделя семестра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах)			
				лекции	Практические занятия	консультации	СРС
1	Методы термического анализа.	2	9	2			
2	Математическая обработка результатов измерений. Методы расчета энергии активации.	4	10	2			2
3	Приборы и аппаратурное оформление методов.	8	11	2	2		4
4	Планирование и проведение измерений.	8	12	2	2		4
5	Обработка результатов термического анализа на примере каталитического горения сажи	8	13	2	2		4
6	Возможные режимы и перспективы использования методов термического анализа в исследовании катализаторов и сорбентов	6	14	2			4
	Итого	36		12	6		18

*Примечание. Формы контроля предусматривают: зачёт (9 семестр), опрос.

6.2. Содержание дисциплины

Программа курса включает рассмотрение следующих тем:

1. Методы термического анализа. Термогравиметрия, сканирующая термическая калориметрия, суть методов, получение сигнала, области применения методов.
2. Математическая обработка результатов измерений. Методы расчета энергии активации.
3. Приборы и аппаратурное оформление методов. Современные приборы, точность измерений, использование масс-спектрометрии в термическом анализе.
4. Планирование и проведение измерений. План эксперимента, предобработка, измерение массы, виды тиглей, условия съёмки, атмосфера, анализ газообразных продуктов масс-спектрометрическим анализом.

5. Обработка результатов термического анализа на примере каталитического горения сажи. План эксперимента, пробоподготовка, протекающие реакции, расчёт кинетических параметров.
6. Возможные режимы и перспективы использования методов термического анализа в исследовании катализаторов и сорбентов. Импульсные методы, проведение сорбционного эксперимента, статический режим.

6.3. Форма промежуточной аттестации:

Зачет

7. Ресурсное обеспечение

7.1. Перечень основной и дополнительной учебной литературы

1. Современный катализ и химическая кинетика /И. Чоркендорф, Х. Наймантсведрайт; пер. с англ. В. И. Ролдугина. Долгопрудный : Интеллект, 2010. – 500с.
2. Физикохимия поверхности / В. И. Ролдугин. Долгопрудный: Интеллект, 2011. – 565 с.
3. Неизотермическая кинетика в термическом анализе / М. Б. Фиалко. Томск: Издательство Томского университета, 1981. – 110 с.
4. Кинетика гетерогенных реакций / Б. Дельмон; Пер. с фр. Н. М. Бажина и др. ; Под ред. В. В. Болдырева. М. : Мир , 1972 – 554 с.
5. Механизмы гетерогенно-каталитических реакций окисления / Т. В. Андрушкевич, С. А. Веняминов, А. А. Иванов и др. ; Под ред. В. С. Музыкантова; Рос. АН, Сиб. отд-ние, Ин-т катализа им. Г. К. Борескова. Новосибирск, 1993 – 187 с.

7.2. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. Издательство «Лань» [Электронный ресурс] : электрон.-библиотечная система. – Электрон. дан. – СПб., 2010- . – URL: <http://e.lanbook.com/>
2. Издательство «Юрайт» [Электронный ресурс] : электрон.-библиотечная система. – Электрон. дан. – М., 2013- . URL: <http://www.biblio-online.ru/>
3. Электронно-библиотечная система Znanium.com [Электронный ресурс] / Научно-издательский центр Инфра-М. – Электрон. дан. – М., 2012- . URL: <http://znanium.com/>
4. Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU [Электронный ресурс]. – Электрон. дан. – М., 2000- . – URL: <http://elibrary.ru/defaultx.asp?>
5. Электронная Библиотека Диссертаций [Электронный ресурс] / Российская государственная библиотека. – Электрон. дан. – М., 2003- . URL: <http://diss.rsl.ru/>
6. Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ [Электронный ресурс] . – Электрон. дан. – Томск, 2011- . URL: <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>
7. Научная библиотека Томского государственного университета [Электронный ресурс] / НИ ТГУ, Научная библиотека ТГУ. – Электрон. дан. – Томск, 1997-. – URL: <http://www.lib.tsu.ru/ru>
8. SpringerLink [Electronic resource] / Springer International Publishing AG, Part of Springer Science+Business Media. – Electronic data. – Cham, Switzerland, [s. n.]. – URL: <http://link.springer.com/>
9. JSTOR [Electronic resource] : digital library / ИТНАКА. – Electronic data. – [S. l.], 2000-. – URL: <http://www.jstor.org/>
10. ScienceDirect [Electronic resource] / Elsevier B.V. – Electronic data. – Amsterdam, Netherlands, 2016. – URL: <http://www.sciencedirect.com/>
11. Oxford University Press [Electronic resource] : journals / Oxford University Press (OUP), University of Oxford. – Electronic data. – Oxford, United Kingdom, 2015-. – URL: <http://www.oxfordjournals.org/en/>

12. Science [Electronic resource] : journals / American Association for the Advancement of Science (AAAS). – Electronic data. – Washington, USA, 2016. – URL: <http://www.sciencemag.org/>

13. Google Scholar [Electronic resource] / Google Inc. – Electronic data. – [S. l. : s. n.]. – URL: <http://scholar.google.com/>

8. Преподаватели и

Авторы:

Дутов Валерий Владимирович, младший научный сотрудник Лаборатории каталитических исследований,

Мамонтов Григорий Владимирович, к.х.н., доцент кафедры физической и коллоидной химии.