

**Федеральное агентство научных организаций
Российская академия наук**

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
«Институт машиноведения имени А.А. Благонравова РАН»
(ИМАШ РАН)**

Одобрено на Учёном совете
ИМАШ РАН
Протокол № 4
«12» августа 20 15 г.

УТВЕРЖДАЮ
Временно исполняющий обязанности
директора ИМАШ РАН д.т.н., проф.

В.А. Глазунов
«19» августа 20 15 г.



ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

**ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ
К РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЕ ДИСЦИПЛИНЫ
«ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»**

Направление подготовки

21.06.01 – Геология, разведка и разработка полезных ископаемых

Направленность (профиль) программы

25.00.15 – Технология бурения и освоения скважин

Квалификация

Исследователь. Преподаватель-исследователь

Форма обучения

Очная
Заочная

Москва

20 15

1. ПЕРЕЧЕНЬ КОМПЕТЕНЦИЙ И ЭТАПЫ ИХ ФОРМИРОВАНИЯ В ПРОЦЕССЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Освоение дисциплины направлено на формирование у обучающегося следующих универсальных (УК), (общекультурных (ОК), общепрофессиональных (ОПК) и профессиональных (ПК) компетенций:

УК-1: способностью к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях;

УК-2: способность проектировать и осуществлять комплексные исследования, в том числе междисциплинарные, на основе целостного системного научного мировоззрения с использованием знаний в области истории и философии науки;

УК-3: готовность участвовать в работе российских и международных исследовательских коллективов по решению научных и научно-образовательных задач;

УК-4: готовность использовать современные методы и технологии научной коммуникации на государственном и иностранном языках;

УК-6: способностью планировать и решать задачи собственного профессионального и личностного развития;

ОПК-1: способностью планировать и проводить эксперименты, обрабатывать и анализировать их результаты;

ОПК-4: готовностью к преподавательской деятельности по основным образовательным программам высшего образования.

Этапы формирования компетенций в процессе изучения дисциплины.

Конечными результатами освоения программы освоения дисциплины являются сформированные когнитивные дескрипторы «знать», «уметь», «иметь опыт», расписанные по отдельным компетенциям. Формирование этих дескрипторов происходит в течение всего семестра по этапам в рамках различного вида занятий и самостоятельной работы.

В результате изучения дисциплины «Физико-химические методы анализа» обучающийся должен:

Знать:

- современные достижения науки и передовые технологии в области химического анализа;
- методы исследования состава и свойств веществ и материалов;
- теоретические основы атомно-эмиссионной и рентгенофлуоресцентной спектроскопии, газо-жидкостной и жидкостной хроматографии, термического анализа;
- применение, возможности и ограничения методов исследования состава и свойств веществ и материалов;
- основные правила и принципы подготовки проб для различных видов исследований;
- основные этапы апробации и разработки методик.

Уметь:

- применять современные методы исследования состава и свойств материалов для решения конкретных в области химии, химической технологии, экологии, геологии;
- проводить подготовку оборудования и объектов исследования к анализу;
- анализировать нормативные документы на проведение исследований состава;
- составлять программы химического анализа;
- проводить обработку результатов элементного, хроматографического и термического методов анализа;

Иметь опыт:

- планирования комплексных исследований состава веществ и материалов;

- работы на современном аналитическом оборудовании;
- разработки методик атомно-эмиссионного, рентгенофлуоресцентного, хроматографического и термического анализа жидких и твердых проб;
- отбора и подготовки проб для физико-химических методов интерпретации данных рентгенофлуоресцентного, термогравиметрического и масс-спектрометрического анализа.

2. ТЕКУЩАЯ И ПРОМЕЖУТОЧНАЯ АТТЕСТАЦИЯ. ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

Текущая аттестация аспирантов.

Текущая аттестация аспирантов проводится в соответствии с локальным актом ИМАШ РАН – Положением о текущей, промежуточной и итоговой аттестации аспирантов ИМАШ РАН по программам высшего образования – программам подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре и является обязательной.

Текущая аттестация по дисциплине проводится в форме опроса, а также оценки вопроса-ответа в рамках участия обучающихся в обсуждениях и различных контрольных мероприятиях по оцениванию фактических результатов обучения, осуществляемых преподавателем, ведущим дисциплину.

Объектами оценивания выступают:

- учебная дисциплина – активность на занятиях, своевременность выполнения различных видов заданий, посещаемость занятий;
- степень усвоения теоретических знаний и уровень овладения практическими умениями и навыками по всем видам учебной работы, проводимых в рамках семинаров и самостоятельной работы.

Оценивание обучающегося на занятиях осуществляется с использованием нормативных оценок по 4-х бальной системе (5 – отлично, 4 – хорошо, 3 – удовлетворительно, 2 – неудовлетворительно).

Промежуточная аттестация аспирантов.

Промежуточная аттестация аспирантов по дисциплине проводится в форме *зачёта* в соответствии с локальным актом ИМАШ РАН – Положением о текущей, промежуточной и итоговой аттестации аспирантов ИМАШ РАН по программам высшего образования – программам подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре и является обязательной.

Промежуточная аттестация по дисциплине осуществляется в форме *зачета* в период зачётно-экзаменационной сессии в соответствии с Графиком учебного процесса по приказу (распоряжению заместителю директора по научной работе). Обучающийся допускается к экзамену в случае выполнения аспирантом всех учебных заданий и мероприятий, предусмотренных настоящей программой. В случае наличия учебной задолженности (пропущенных занятий и (или) невыполненных заданий) аспирант отрабатывает пропущенные занятия и выполняет задания.

Оценивание обучающегося на промежуточной аттестации осуществляется с использованием нормативных оценок на зачете – *зачтено / не зачтено*.

Оценивание аспиранта на промежуточной аттестации в форме зачёта

Оценка зачета (нормативная)	Требования к знаниям и критерии выставления оценок
<i>Зачтено</i>	Аспирант при ответе демонстрирует содержание тем учебной дисциплины, владеет основными понятиями, знает особенности развития методологии научного исследования, имеет представление об особенностях и специфике научного исследования. Информирован и способен делать анализ проблем и намечать пути их

	решения.
<i>Не зачтено</i>	Аспирант при ответе демонстрирует плохое знание значительной части основного материала в области методологии научного исследования. Не информирован или слабо разбирается в проблемах, и или не в состоянии наметить пути их решения.

Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины

Форма контроля знаний	Вид аттестации	Примечание
Опрос, Дискуссия	Текущая	Подготовка и ответ на семинарском занятии по заданным вопросам. Обсуждение проблематики предмета.
Домашнее задание: проверочные работы	Текущая	Домашнее задание: Оформление библиографического списка по теме диссертационного исследования
Зачёт	Промежуточная	Подготовка зачётного задания: Оформление статьи (по образцу статьи из списка ВАК по специальности) и реферата (по образцу автореферата диссертации) по тематике диссертационного исследования или на предложенную преподавателем тему

3. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Самостоятельная работа аспирантов (СРА) включает следующие виды работ: изучение теоретического (лекционного) материала, самостоятельные исследования и изучение теоретического материала по решению различных задач исследования операций, решение задач и упражнения, подготовка докладов для практических занятий, подготовка к дискуссиям по темам практических занятий.

ФОС: оценочные средства промежуточного контроля

Примерный список вопросов для текущего контроля.

Раздел 1.

1. Строение атома. Термическое возбуждение атомов. Эмиссионные спектры.
2. Схемы электронных уровней и длины волн спектральных линий. Распыление, разложение, атомизация и ионизация. Атомные и ионные линии.
3. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Механизм возбуждения внутренних электронов.
4. Электронные переходы между внутренними энергетическими уровнями. Соотношение интенсивностей аналитических линий одного элемента.
5. Место атомно-эмиссионного спектрального анализа среди других методов элементного анализа. Преимущество метода. Сфера применения метода. Определяемые элементы. Чувствительность и точность метода.
6. Практика применения метода атомно-эмиссионного спектрального анализа для оценки составов вод, почв, сплавов, полимерных композитов, функциональных материалов.
7. Основные конструкционные элементы спектрометров и их характеристики. Системы ввода проб (распылительные камеры, искровой и лазерный пробоотбор).
8. Источники атомизации и возбуждения: пламенная, дуговой и искровой разряды, индуктивно-связанная плазма.
9. Образование аргоновой плазмы, температурные зоны в плазме. Детектирование сигнала.
10. Конструкционные особенности спектрометра iCAP 6300 DUO. Аксиальное и радиальное

наблюдение плазмы. Изучение возможностей программы сбора и обработки данных.

11. Способы гомогенизации и измельчения твердых проб. Оборудование для измельчения различного вида проб, принцип выбора гарнитуры.
12. Подготовка проб воды.
13. Подготовка почв. Выделение подвижных элементов в почвах (ГОСТы).
14. Кислотное выщелачивание. Микроволновое разложение проб в системы микроволнового разложения Mags5 (объекты, кислоты; настраиваемые параметры температуры, давления, мощности).
15. Основные подходы к валовому разложению твердых проб, способы оптимизации.
16. Приготовление модельного раствора ионов металлов и получение полных спектров анализируемой пробы, расшифровка спектров.
17. Разработка методов количественного анализа для проб воды и твердых объектов.
18. Процедуры стандартизации, калибровки, рестандартизации. Выбор линий анализируемых элементов.
19. Абсолютная калибровка и калибровка с внутренним стандартом. Учет фона рядом с линией определяемого элемента. Настройка метода: условия измерения, вывод результатов, параметры источника плазмы, ввод стандартов и концентраций элементов.
20. Приготовление модельных растворов, проведение анализа и обработка данных.
21. Области применения рентгенофлуоресцентного анализа. Анализируемые элементы.
22. Методики рентгенофлуоресцентного анализа. Основные конструкционные элементы спектрометров.
23. Энерго-дисперсионные и волнодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры. Чувствительность метода.
24. Особенности и принципы управления рентгенофлуоресцентным спектрометром Quant'X.
25. Виды проб. Основные задачи пробоподготовки.
26. Способы гомогенизации и измельчения твердых проб. Критерии выбора пробоподготовки проб для рентгенофлуоресцентного анализа.
27. Полировка, прессование, сплавление. Оборудование пробоподготовки.
28. Связующие добавки для прессования. Требования к образцам для плавления.
29. Выбор состава флюса. Адгезионные добавки.
30. Качественный рентгенофлуоресцентный анализ. Настройка спектрометра: настройка энергетической шкалы и разрешения спектрометра Quant'X.
31. Выбор условий качественного анализа модельных проб и составление программы работы прибора.
32. Получение спектров модельных проб и интерпретация результатов. Автоматическая интерпретация. Оценка правильности автоматической интерпретации с использованием KLM-маркеров.
33. Количественный рентгенофлуоресцентный анализ. Составление программы количественного анализа веществ и материалов. Выбор стандартных образцов. Алгоритмы количественного анализа.
34. Области применения и объекты исследования для CHNS-анализатора. Процессы, лежащие в основе метода.
35. Устройство и принцип действия CHNS-анализаторов. Особенности архитектуры анализатора Flash 2000.
36. Стандартные образцы для построения калибровочных графиков.
37. Руководство Cook Book и выбор оптимальных условий анализа объектов: навеска, катализатор, время напуска кислорода.
38. Проведение измерений содержания элементов C, H, N в модельной пробе.

Раздел 2.

1. Основные понятия и определения хроматографии. Классификация методов хроматографии.
2. Устройство хроматографов. Неподвижные фазы. Типы детекторов. Селективность и эффективность хроматографической системы.
3. Требования к пробам для хроматографического анализа. Очистка растворителей.

4. Жидко-жидкостная и твердофазная экстракция (ТФЭ). Выбор сорбента для ТФЭ.
5. Концентрирование целевых веществ в разбавленных пробах. Оборудование для пробоподготовки.
6. Основные принципы выбора метода хроматографического анализа.
7. Определение способа детектирования при постановке конкретных задач анализа.
8. Теоретическое обоснование рабочего режима хроматографа.
9. Выбор способов идентификации вещества (выбор стандарта).
10. Методы количественного анализа.
11. Создание последовательности метода анализа, предложенных смесей органических веществ.
12. Приготовление растворов для калибровки. Построение калибровочной зависимости. Анализ зашифрованной пробы и интерпретация результатов.
13. Создание последовательности метода анализа, предложенных смесей органических веществ. Построение калибровочной зависимости. Анализ зашифрованной пробы и интерпретация результатов.

Раздел 3.

1. Термогравиметрия (ТГ). Разрешение отдельных стадий потери масс.
2. Дифференциальный термический анализ (ДТА).
3. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК).
4. Аппаратура для термического анализа. Принципы выбора тиглей для термического анализа.
5. Составление программы анализа модельных веществ (материалов). Получение кривых ТГ, ДТА и ДСК, масс-спектров выделяющихся газов для исследуемой системы.
6. Обработка и интерпретация данных: расчеты потери массы с анализом состава отходящих газов, расчет тепловых эффектов.

Промежуточная аттестация

Промежуточная аттестация осуществляется в конце семестра и завершает изучение дисциплины «Физико-химические методы анализа». Форма аттестации – зачет в письменной или устной форме. Зачет проводится по всем разделам и темам программы. Зачет проводится в 3 семестре.

Билет на зачете состоит из 3 теоретических вопросов (по одному из каждого раздела), тематика которых представлена в рабочей программе дисциплины.

На зачете аспирант (соискатель) должен продемонстрировать высокий научный уровень и научные знания по дисциплине «Физико-химические методы анализа».

Примерный список вопросов на зачете:

1. Строение атома. Термическое возбуждение атомов. Эмиссионные спектры.
2. Схемы электронных уровней и длины волн спектральных линий. Распыление, разложение, атомизация и ионизация. Атомные и ионные линии.
3. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Механизм возбуждения внутренних электронов.
4. Электронные переходы между внутренними энергетическими уровнями. Соотношение интенсивностей аналитических линий одного элемента.
5. Место атомно-эмиссионного спектрального анализа среди других методов элементного анализа. Преимущество метода. Сфера применения метода. Определяемые элементы. Чувствительность и точность метода.
6. Практика применения метода атомно-эмиссионного спектрального анализа для оценки составов вод, почв, сплавов, полимерных композитов, функциональных материалов.
7. Основные конструкционные элементы спектрометров и их характеристики. Системы ввода проб (распылительные камеры, искровой и лазерный пробоотбор).
8. Источники атомизации и возбуждения: пламенная, дуговой и искровой разряды, индуктивно-связанная плазма.

9. Образование аргоновой плазмы, температурные зоны в плазме. Детектирование сигнала.
10. Конструкционные особенности спектрометра iCAP 6300 DUO. Аксиальное и радиальное наблюдение плазмы. Изучение возможностей программы сбора и обработки данных.
11. Способы гомогенизации и измельчения твердых проб. Оборудование для измельчения различного вида проб, принцип выбора гарнитуры.
12. Подготовка проб воды.
13. Подготовка почв. Выделение подвижных элементов в почвах (ГОСТы).
14. Кислотное выщелачивание. Микроволновое разложение проб в системы микроволнового разложения Mars5 (объекты, кислоты; настраиваемые параметры температуры, давления, мощности).
15. Основные подходы к валовому разложению твердых проб, способы оптимизации.
16. Приготовление модельного раствора ионов металлов и получение полных спектров анализируемой пробы, расшифровка спектров.
17. Разработка методов количественного анализа для проб воды и твердых объектов.
18. Процедуры стандартизации, калибровки, рестандартизации. Выбор линий анализируемых элементов.
19. Абсолютная калибровка и калибровка с внутренним стандартом. Учет фона рядом с линией определяемого элемента. Настройка метода: условия измерения, вывод результатов, параметры источника плазмы, ввод стандартов и концентраций элементов.
20. Приготовление модельных растворов, проведение анализа и обработка данных.
21. Области применения рентгенофлуоресцентного анализа. Анализируемые элементы.
22. Методики рентгенофлуоресцентного анализа. Основные конструкционные элементы спектрометров.
23. Энерго-дисперсионные и волнодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры. Чувствительность метода.
24. Особенности и принципы управления рентгенофлуоресцентным спектрометром Quant'X.
25. Виды проб. Основные задачи пробоподготовки.
26. Способы гомогенизации и измельчения твердых проб. Критерии выбора пробоподготовки проб для рентгенофлуоресцентного анализа
27. Полировка, прессование, сплавление. Оборудование пробоподготовки.
28. Связующие добавки для прессования. Требования к образцам для плавления.
29. Выбор состава флюса. Адгезионные добавки.
30. Качественный рентгенофлуоресцентный анализ. Настройка спектрометра: настройка энергетической шкалы и разрешения спектрометра Quant'X.
31. Выбор условий качественного анализа модельных проб и составление программы работы прибора.
32. Получение спектров модельных проб и интерпретация результатов. Автоматическая интерпретация. Оценка правильности автоматической интерпретации с использованием KLM-маркеров.
33. Количественный рентгенофлуоресцентный анализ. Составление программы количественного анализа веществ и материалов. Выбор стандартных образцов. Алгоритмы количественного анализа.
34. Области применения и объекты исследования для CHNS-анализатора. Процессы, лежащие в основе метода.
35. Устройство и принцип действия CHNS-анализаторов. Особенности архитектуры анализатора Flash 2000.
36. Стандартные образцы для построения калибровочных графиков.
37. Руководство Cook Book и выбор оптимальных условий анализа объектов: навеска, катализатор, время напуска кислорода.
38. Проведение измерений содержания элементов C, H, N в модельной пробе.
39. Основные понятия и определения хроматографии. Классификация методов хроматографии.
40. Устройство хроматографов. Неподвижные фазы. Типы детекторов. Селективность и эффективность хроматографической системы.
41. Требования к пробам для хроматографического анализа. Очистка растворителей.

42. Жидко-жидкостная и твердофазная экстракция (ТФЭ). Выбор сорбента для ТФЭ.
43. Концентрирование целевых веществ в разбавленных пробах. Оборудование для пробоподготовки.
44. Основные принципы выбора метода хроматографического анализа.
45. Определение способа детектирования при постановке конкретных задач анализа.
46. Теоретическое обоснование рабочего режима хроматографа.
47. Выбор способов идентификации вещества (выбор стандарта).
48. Методы количественного анализа.
49. Создание последовательности метода анализа, предложенных смесей органических веществ.
50. Приготовление растворов для калибровки. Построение калибровочной зависимости. Анализ зашифрованной пробы и интерпретация результатов.
51. Создание последовательности метода анализа, предложенных смесей органических веществ. Построение калибровочной зависимости. Анализ зашифрованной пробы и интерпретация результатов.
52. Термогравиметрия (ТГ). Разрешение отдельных стадий потери масс.
53. Дифференциальный термический анализ (ДТА).
54. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК).
55. Аппаратура для термического анализа. Принципы выбора тиглей для термического анализа.
56. Составление программы анализа модельных веществ (материалов). Получение кривых ТГ, ДТА и ДСК, масс-спектров выделяющихся газов для исследуемой системы.
57. Обработка и интерпретация данных: расчеты потери массы с анализом состава отходящих газов, расчет тепловых эффектов.

4. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИЕ ПРОЦЕДУРЫ ОЦЕНИВАНИЯ ЗНАНИЙ, УМЕНИЙ, НАВЫКОВ

Оценивание результатов обучения аспирантов по дисциплине осуществляется по регламенту текущего контроля и промежуточной аттестации.

Текущий контроль в семестре проводится с целью обеспечения своевременной обратной связи, для коррекции обучения, активизации самостоятельной работы аспирантов. Результаты текущего контроля подводятся по пятибалльной системе.

Текущий контроль осуществляется два раза в семестр по календарному графику учебного процесса. Первая контрольная точка проводится в начале апреля, вторая – в начале июня.

Промежуточная аттестация предназначена для объективного подтверждения и оценивания достигнутых результатов обучения после завершения изучения дисциплины. Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в форме зачёта.

Зачёт является заключительным этапом процесса формирования компетенции аспиранта при изучении дисциплины или её части и имеет целью проверку и оценку знаний аспирантов по теории и применению полученных знаний, умений и навыков при решении практических задач.

Зачёты проводятся по расписанию, сформированному учебным отделом и утвержденному заместителем директора по научной работе, в сроки, предусмотренные календарным графиком учебного процесса. Расписание зачётов доводится до сведения аспирантов не менее чем за две недели до начала экзаменационной сессии.

Зачёты принимаются преподавателями, ведущими лекционные занятия. В отдельных случаях при большом количестве групп у одного лектора или при большой численности группы с разрешения заведующего аспирантурой допускается привлечение в помощь основному лектору преподавателя, проводившего практические занятия в группах.

Зачёты проводятся в устной форме. Зачёт проводится только при предъявлении студентом зачётной книжки и при условии выполнения всех контрольных мероприятий, предусмотренных учебным планом и рабочей программой по изучаемой дисциплине (сведения фиксируются допуском в электронной ведомости). Аспирантам на экзамене

предоставляется право выбрать один из билетов. Время подготовки к ответу составляет 30 минут. По истечении установленного времени студент должен ответить на вопросы экзаменационного билета.

Результаты зачёта оцениваются по четырехбалльной системе («отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно») и заносятся в электронную экзаменационную ведомость (согласно положению о системе «Контроль успеваемости и рейтинг аспирантов») и зачётную книжку. В зачётную книжку заносятся только положительные оценки.

В случае неявки аспиранта на зачёт в экзаменационной ведомости делается отметка «не явился».

Максимальный балл оценки ответа студента 5 баллов

Ответ на 3 вопроса	от 3 до 5
<i>Полный правильный ответ</i>	5
<i>Неполный правильный ответ</i>	4
<i>Ответ, содержащий неточности, ошибки</i>	3
Ответ на 2 вопроса	от 3 до 4
<i>Полный правильный ответ</i>	4
<i>Неполный правильный ответ</i>	от 3 до 4
<i>Ответ, содержащий неточности, ошибки</i>	3
Ответ на 1 вопрос	от 2 до 3
<i>Полный правильный ответ</i>	от 2 до 3
<i>Неполный правильный ответ</i>	до 2
<i>Ответ, содержащий неточности, ошибки</i>	0