

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Программа
краткосрочного повышения квалификации преподавателей и научных
работников высшей школы по направлению
«Методы диагностики и исследования наноструктур»
на базе учебного курса
«Термические методы анализа»

1. Цель: изучение метода термического анализа
2. Категория слушателей: преподаватели и научные работники высшей школы
3. Продолжительность обучения: 24 часа
4. Форма обучения: с частичным отрывом от работы
5. Режим занятий: 5,5 часов в день

Требования к уровню освоения учебного курса

Преподаватели, научные и инженерно-технические работники должны:

Преподаватели должны:

- знать:
 - 1) основы дифференцирования и интегрирования;
- иметь навыки:
 - 1) систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации в области термического анализа;
 - 2) работы с компьютером в среде «Microsoft Office».
- иметь представление:
 - 1) о фазовых диаграммах состояния;
 - 2) о переходах первого и второго рода;
 - 3) о понятии термоЭДС.

Научные работники должны:

- знать:
 - 1) основы дифференцирования и интегрирования;
 - 2) физико-химические основы измерения температуры;
- иметь навыки:
 - 1) систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации в области термического анализа;
 - 2) работы с компьютером в среде «Microsoft Office»;
 - 3) планирования и проведения экспериментов.
- иметь представление:
 - 1) о фазовых диаграммах состояния;
 - 2) о переходах первого и второго рода;
 - 3) о понятии термоЭДС.

Учебный курс «Теоретические основы термических методов анализа» состоит из дистанционной и очной части. Цель дистанционной части: изучение методов термического анализа, ознакомление с видами и возможностями методов термического анализа. Цель очной части: отработка практических навыков работы с термоанализаторами, исследования органических, неорганических и металлических объектов

Дистанционная часть учебного образовательного курса обеспечивает слушателя необходимым объёмом знаний по выбранной тематике, включая подготовку слушателя к проведению лабораторного практикума. Задача дистанционной составляющей учебного курса – подготовить слушателя к очному выполнению лабораторных работ на базе центра коллективного пользования научным оборудованием "Диагностика структуры и свойств наноматериалов" Белгородского государственного университета.

В дистанционной (теоретической) части учебного курса изложены теоретические основы метода термического анализа. Теоретическая часть учебного курса состоит из четырех лекций.

Лекция 1. Краткое описание методов термического анализа. В изучение входят методы исследования свойств материалов, зависящих от температуры: термогравиметрический (ТГ) и дифференциальный термогравиметрический анализ (ДТГ), дифференциальный термический анализ (ДТА), дифференциальная сканирующая колориметрия (ДСК). Общим для всех методов термического анализ является изучение изменения какого-либо свойства исследуемой системы в зависимости от температуры.

Лекция 2. Дифференциальный термический анализ (ДТА) (4 часа). Дифференциальный термический анализ (ДТА), регистрирует разность между температурой образца и температурой образца сравнения при нагревании. Показаны способы определения температурных интервалов разложения веществ и фазовых переходов.

Лекция 3. Дифференциальная сканирующая колориметрия (ДСК) (4 часа). Дифференциальная сканирующая колориметрия (ДСК), термический анализ, при котором измеряется величина теплового потока dH/dT от образца (или к образцу) при нагревании. Способы определения температурных интервалов разложения веществ и фазовых переходов. Количественное определение тепловых эффектов.

Лекция 4. Термогравиметрический (ТГ) и дифференциальный термогравиметрический анализ (ДТГ) (4 часа). Термогравиметрия, в качестве температурной функции фиксирует изменение массы образца (термогравиметрический анализ — ТГА), и скорость этого изменения (дифференциальная термогравиметрия — ДТГ) при нагревании. Способы определения температурных интервалов разложения веществ, определение потерь массы.

Очная (экспериментальная) часть учебного курса заключается в изучении принципов функционирования термоанализатора SDT Q 600 компании TA Instruments. Тематика лабораторных работ:

1. Определение интервала температур плавления и разложения веществ методом дифференциально-термического анализа (ДТА).
2. Определение температуры плавления полимеров.
3. Определение потерь массы при прокаливании методом термогравиметрии.
4. Определение критических температур стали методом дифференциально-сканирующей колориметрии.

Методические рекомендации по реализации учебной программы

На дистанционную и очную части учебного курса отводится по 12 часов соответственно.

Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса находится на сайте www.nanoobr.ru.

Для контроля степени освоения теоретической части учебного курса (лекций) используются **тестовые вопросы** для самопроверки и **контрольные вопросы**.

Тестовые вопросы к краткосрочному курсу «Термические методы анализа»

1. Термические методы анализа изучают
 - а) свойства вещества при нагревании или охлаждении
 - б) строение вещества при нагревании охлаждении;
 - в) способы измерения температуры в процессе нагревания охлаждения.

2. В ходе термического анализа методами ДТА и ДСК исследуются:
 - а) физические свойства;
 - б) термические эффекты физических и химических процессов;
 - в) химические свойства.

3. Методом ТГА изучаются процессы:
 - а) изменение теплоемкости;
 - б) изменения температуры;
 - в) изменения массы.

4. Методом дилатометрии регистрируется:
 - а) изменения размеров;
 - б) тепловые эффекты;
 - в) объемы газов.

5. Для химического анализа, выделяющихся в процессе термического анализа газов, целесообразно термический анализатор совместить с:
 - а) масс-спектрометром;
 - б) газовым хроматографом;
 - в) ИК-Фурье спектрометром.

6. Фазовое превращение это:
 - а) переход вещества из одной термодинамической фазы в другую при изменении внешних условий;
 - б) переход вещества из одной термодинамической фазы в другую при изменении температуры;
 - в) переход вещества из одной термодинамической фазы в другую при изменении концентрации.

7. Экзотермические эффекты проходят:
 - а) с выделением тепла;
 - б) с поглощением тепла;
 - в) без изменений теплоты.

8. Тепловые эффекты минеральных веществ и металлов характеризуются:
 - а) температурой максимума или минимума;
 - б) температурой начала преобразования;

в) температурным интервалом преобразования.

9. В качестве образца сравнения используются:

- а) любые вещества;
- б) термически инертные в исследуемом температурном интервале вещества;
- в) вещества с известной теплотой фазовых переходов.

10. Градуировка термопары проводится в случае если:

- а) анализируется новое вещество;
- б) меняется температурный интервал анализа;
- в) меняется температурная программа.

11. ДСК предусматривает:

- а) измерение тепловой энергии в Дж/г;
- б) измерение изменения тепловой энергии;
- в) повторение измерений ДТА.

12. Дифференциально термогравиметрический анализ (ДТГ) основан на:

- а) непрерывной регистрации изменения массы образца в зависимости от времени или температуры в соответствии с выбранной температурной программой в заданной газовой атмосфере;
- б) непрерывной регистрации массы образца в зависимости от времени или температуры в соответствии с выбранной температурной программой в заданной газовой атмосфере;
- в) непрерывной регистрации температуры образца в зависимости от массы в соответствии с выбранной температурной программой в заданной газовой атмосфере.

13. Пики на дифференциальной термогравиметрической кривой (ДТГ) соответствуют:

- а) максимальной потере массе;
- б) максимальной температуре реакции;
- в) максимальной скорости изменения массы.

14. С помощью ТГА можно изучать процессы:

- а) разложения, окисления, испарение, возгонка,
- б) перекристаллизации;
- в) плавления.

15. Для идентификации тепловых эффектов используются:

- а) оптико-эмиссионная спектроскопия;
- б) рентгенофазовый анализ;
- в) инфракрасная спектроскопия.

Контрольные вопросы для проверки материала к краткосрочному курсу «Термические методы анализа»

1. Сформулируйте определение понятия «термические методы анализа».
2. На чем основаны термические методы анализа?
3. В чем заключается метод термогравиметрического анализа.
4. Какие бывают виды термического анализа, дать краткую характеристику?
5. Какие виды измерения можно проводить с помощью метода термического

анализа?

6. Какие условия надо учитывать при проведении термических методов анализа?
7. Какие факторы влияют на результат термических методов анализа?
8. Какие превращения являются эндотермическими, а какие экзотермическими?

Приведите примеры.

9. В чем заключается эффект Зеебека?
10. Что собой представляет дифференциальная термопара, ее принцип действия?
11. Как происходит регистрация сигнала ДТА?
12. Чем отличаются кривые эндотермической и экзотермической реакций?
13. Какими способами определяется температуры начала и конца пика тепловых эффектов?
14. Чем отличаются кривые ДТА и ДСК?
15. Как выполняется количественная оценка тепловых эффектов?
16. Какие вещества могут быть использованы в качестве эталонных при проведении термического анализа?
17. Какие вещества могут быть использованы в качестве веществ сравнения при проведении термического анализа металлов?
18. Каковы источники ошибок в термическом анализе?
19. Почему необходима периодическая градуировка термопар?
20. С какими приборами целесообразно совместить термический анализатор для получения дополнительной информации?
21. Какие методы используются для идентификации тепловых эффектов?

В конце очной части учебного курса слушатели готовят отчеты по **темам контрольных рефератов**, которые используются для контроля степени усвоения всего учебного курса на базе экспериментальных результатов и их обработки с применением знаний из дистанционной части курса.

Темы контрольных рефератов по курсу «Термические методы анализа»

1. История развития метода термического анализа.
2. Международная конфедерация термического анализа (ICTA).
3. Типы печей, используемые в термическом анализе.
4. Использование методов термического анализа при разработке и изучении строительных материалов.
5. Использование методов термического анализа при разработке и изучении композитов.
6. Применение термических методов анализа при разработке и анализе сплавов.
7. Использование методов термического анализа при разработке и изучении катализаторов.
8. Применение термических методов анализа в производстве полимеров.

Учебно-тематический план

Название учебного курса и лекций	Всего, час.	В том числе		Форма контроля
		Дистанционные лекции (самостоятельное изучение, дистанционное общение с преподавателем, вопросы-ответы через e-mail, форум, чат и др.)	Очная часть	
1. Термические методы анализа. Теоретические основы термических методов анализа.	24	13	11	
1. Краткое описание методов термического анализа	3	3		Реферат
2. Дифференциальный термический анализ	7	3	4	Тест для самоконтроля. Контрольные вопросы (электронная зачетка)
3. Дифференциальная сканирующая колориметрия	5	3	2	
4. Термогравиметрический и дифференциальный термогравиметрический анализ	7	3	4	
Итоговый контроль	2	1 Контрольные вопросы (электронная зачетка)	1 Реферат	

Список основной литературы в кол-ве – 9

1. Уэндландт У. Термические методы анализа. – М.: Мир, 1978. – 526 с.
2. Шестак Я. Теория термического анализа. – М.: Мир, 1987. – 456 с.
3. Топор Н.Д., Огородова Л.П., Мельчакова Л.В. Термический анализ минералов и неорганических соединений. – М.: МГУ, 1987. – 188 с.
4. Горшков В. С., Тимашев В. В., Савельев В. Г. Методы физико-химического анализа вязущих веществ: Учебное пособие. М.: Высшая школа, 1981. – 335 с.
5. Хеммингер И., Хене Г. Калориметрия. Теория и практика. – М.: Химия, 1990. – 176 с.
6. [Морелос-Сарагоса Р.](#) Искусство помехоустойчивого кодирования. Методы, алгоритмы, применение. М.: Техносфера, 2005,— 320 с.
7. Гуфан Ю. М. Термодинамическая теория фазовых переходов. — Ростов н/Д: Издательство Ростовского университета, 1982. — 172 с.
8. Берг Л. Г. Введение в термографию. Наука, 1969, 98 с.
9. Гесс Г. И. Термохимические исследования. Л.: Изд-во АН СССР, 1958.

Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса на сайте www.nanoobr.ru

Программа разработана: Тарасовой И.Д., кандидатом технических наук, научным сотрудником Центра коллективного пользования научным оборудованием «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» Белгородского государственного университета.