

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ
Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Институт химии

УТВЕРЖДАЮ
Директор института химии
д.х.н., проф. Федотова О.В.

"16" 09 2019г.

Рабочая программа дисциплины

Электрохимические методы исследования

Направление подготовки бакалавриата
04.03.01 «Химия»



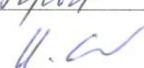
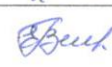
Профиль подготовки бакалавриата
Физическая химия

Квалификация выпускника

Бакалавр

Форма обучения
очная

Саратов,
2019

Статус	ФИО	Подпись	Дата
Преподаватель-разработчик	Гамаюнова Ирина Михайловна		16.09.19
Председатель НМК	Крылатова Яна Георгиевна		16.09.19
Заведующий кафедрой	Казаринов Иван Алексеевич		16.09.19
Специалист Учебного управления	Зимина Елена Валерьевна		16.09.2019г.

1. Цели освоения дисциплины

Электрохимия играет важную роль в современном промышленном производстве. Эффективное использование электрохимических процессов в промышленных технологиях, производствах без изучения кинетики электрохимических реакции практически не возможна. А это, в свою очередь, требует освоения современных методов исследования электрохимических реакций.

Поэтому целью освоения дисциплины «Электрохимические методы исследования» является изучение теоретических основ методов исследования кинетики и механизмов электрохимических реакций, практическое освоение этих методов.

2. Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Электрохимические методы исследования» (Б1.В.ДВ.06.01) является дисциплиной по выбору и относится к блоку Б1 Дисциплины (Модули), к части формируемой участниками образовательных отношений учебной программы ООП и изучается в 8 семестре.

Дисциплина базируется на основных положениях теоретической электрохимии, изучаемых студентами в дисциплинах «Физическая химия 2», «Кинетика электродных процессов», а также на знаниях, полученных в ходе освоения таких дисциплин, как «Физика» и «Математика».

Лабораторные занятия по данной дисциплине дают возможность обучающимся на учебных расчетных задачах и лабораторных работах непосредственно на практике вести освоение теории электрохимических методов исследования, имеющих большое значение при выполнении ВКР и изучении следующих дисциплин направления 04.04.01 Химия: «Электрохимический синтез веществ и материалов», «Биоэлектрохимические технологии».

Электрохимические методы вследствие постоянного совершенствования приборного парка с применением в настоящее время компьютеризированных исследовательских комплексов широко применяются также и в химии, биологии, физике для количественного определения термодинамических и кинетических характеристик различных физико-химических процессов, а также для целей количественного и качественного химического анализов.

3 Результаты обучения по дисциплине

Код и наименование компетенции	Код и наименование индикатора (индикаторов) достижения компетенции	Результаты обучения
ПК-2. Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации	ПК-2.1. Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР ПК-2.2. Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР ПК-2.3. Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР	Знать: - принципиальные основы, возможности и ограничения применения электрохимических методов исследования химических объектов Уметь: проводить комплексный анализ получаемых продуктов, исследование физико-химических

		<p>закономерностей и контролировать протекание процессов на типовом научном оборудовании</p> <p>Владеть: теоретическими основами и практическими навыками работы на типовом научном оборудовании</p>
<p>ПК-4 Способен решать технологические задачи, поставленные специалистом более высокой квалификации, и выбирать технические средства и методы их испытаний.</p>	<p>ПК-4.1. Проводит поиск и систематизацию информации для выбора оптимальных методов и методик синтеза и характеристики функционального материала (вещества).</p> <p>ПК-4.2. Осуществляет подбор веществ и выбор оптимальных условия для синтеза функционального материала (вещества).</p> <p>ПК-4.3. Проводит характеристику полученного функционального материала (вещества) физико-химическим методами с использованием типового научного оборудования</p>	<p>Знать: - принципиальные основы, возможности и ограничения применения электрохимических методов исследования химических объектов</p> <p>Уметь: проводить комплексный анализ получаемых продуктов, исследование физико-химических закономерностей и контролировать протекание процессов на типовом научном оборудовании</p> <p>Владеть теоретическими основами и практическими навыками работы на типовом научном оборудовании</p>

4. Структура и содержание дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетных единиц (108 часов)

№ п/п	Наименование раздела, подраздела, темы лекции	Семестр	Неделя семестра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах)				Формы текущего контроля успеваемости и (по неделям семестра) Формы промежуточной аттестации (по семестрам)
				Всего	В том числе			
					Лекции	Лабораторные занятия	Самост. работа	
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1 1.1	Раздел 1. Постановка электрохимического эксперимента. Основные принципы приборного оборудования общие работы	8	8-10	16 2	6 1		10 1	Посещаемость, активность в аудитории
1.2	Классификация электрохимических методов исследования и электродных процессов по механизму их протекания	8		2	1		1	Посещаемость, активность в аудитории
1.3	Требования к электрохимическому эксперименту, рабочему, вспомогательному электродам, электроду сравнения, электролиту	8		3	1		2	Посещаемость, активность в аудитории
1.4	Основные принципы осуществления контроля тока и потенциала в электрохимическом эксперименте. Электрические схемы	8		3	1		2	Посещаемость, активность в аудитории
1.5	Принципы работы электронных потенциостатов и современных лабораторных	8		3	1		2	Посещаемость, активность в аудитории

	комплексов, сопряженных с персональными компьютерами							
1.6	Классификация электрохимических методов исследования электродных процессов по механизму их протекания	8		3	1		2	Посещаемость, активность в аудитории
2	Раздел 2. Метод стационарных поляризационных кривых	8	11-12	36	6	20	10	Посещаемость, активность в аудитории
2.1	Кинетика электрохимических реакций с медленной стадией переноса n электронов в одну стадию	8		3	1		2	Посещаемость, активность в аудитории
2.2	Графические зависимости поляризационных кривых при медленной стадии последовательного переноса нескольких электронов	8		3	1		2	Посещаемость, активность в аудитории
2.3	Графические зависимости и уравнения поляризационных кривых при замедленной стадии диффузии	8		15	2	10	3	Посещаемость, активность в аудитории
2.4	Графические зависимости и уравнения поляризационных кривых для смешанной кинетики: случай медленной стадии разряда и диффузии	8		15	2	10	3	Посещаемость, активность в аудитории
3	Раздел 3. Релаксационные методы исследования кинетики электродных процессов	8	13-15	56	6	30	20	Посещаемость, активность в аудитории
3.1	Потенциостатический импульсный метод	8		6	1		5	Собеседование, отчет

	(хроноамперометрия)							в лабораторном журнале
3.2	Гальваностатический импульсный метод (хронопотенциометрия)	8		11	1	10		Собеседование, отчет в лабораторном журнале
3.3	Хроновольтамперометрия Циклические методы	8		17	2	10	5	Собеседование, отчет в лабораторном журнале
3.4	Метод переменного тока	8		6	1		5	дискуссия
3.5	Общие принципы исследования механизма сложных многостадийных электрохимических процессов	8		16	1	10	5	коллоквиум
Промежуточная аттестация								зачет
Итого:				108	18	50	40	

Содержание дисциплины «Электрохимические методы исследования»

Раздел 1.

Постановка электрохимического эксперимента

- 1.1. Основные общие принципы работы приборного оборудования.
- 1.2. Классификация электрохимических методов исследования и электродных процессов по механизму их протекания
- 1.3. Требования к электрохимическому эксперименту, рабочему, вспомогательному электродам, электроду сравнения, электролиту.
- 1.4. Основные принципы осуществления контроля тока и потенциала в электрохимическом эксперименте. Электрические схемы.
- 1.5. Принципы работы электронных потенциостатов и современных лабораторных комплексов, сопряженных с персональными компьютерами
- 1.6. Классификация электрохимических методов исследования электродных процессов по механизму их протекания

Раздел 2.

Метод стационарных поляризационных кривых.

- 2.1 Кинетика электрохимических реакций с медленной стадией переноса « n » электронов в одну стадию. Графические зависимости и уравнения поляризационных кривых для случая малых, средних и больших перенапряжений. Определение токов обмена, коэффициентов переноса. Оценка влияния на кинетику строения ДЭС, pH, поверхностно-активных веществ, концентрации фонового и основного электролитов. Различные константы скорости электрохимической стадии: абсолютная гетерогенная константа скорости, гетерогенная константа скорости, измеряемая гетерогенная константа скорости.

- 2.2. Графические зависимости и уравнения поляризационных кривых при медленной стадии последовательного переноса нескольких электронов. Кинетическая схема электродного процесса. Определение кажущихся коэффициентов переноса, стехиометрического числа. Критерии стадийного переноса электронов.
- 2.3. Графические зависимости и уравнения поляризационных кривых при замедленной стадии диффузии. Экспериментальные критерии медленной диффузионной стадии: случай восстановления катионов металла до металла; случай окислительно-восстановительной реакции. Предельный диффузионный ток. Концентрационный профиль для окислителя и восстановителя.
- 2.4. Графические зависимости и уравнения поляризационных кривых для смешанной кинетики: случай медленной стадии разряда и диффузии. Анализ кинетики электродного процесса для малых и больших перенапряжений. Границы применимости метода стационарных поляризационных кривых для определения кинетических параметров.

Раздел 3.

Релаксационные методы исследования кинетики электродных процессов

- 3.1. Потенциостатический импульсный метод (хроноамперометрия). Графические зависимости и уравнения изменения тока во времени для обратимого электрохимического образования нерастворимого продукта. Метод хроноамперометрии для случая обратимой окислительно-восстановительной реакции. Определение кинетических параметров электрохимической реакции в случае смешанного контроля: замедленные разряд (ионизация) и диффузия электроактивного вещества. Хроноамперометрия в условиях ограниченной области диффузии.
- 3.2. Гальваностатический импульсный метод (хронопотенциометрия). Обратимое образование нерастворимого продукта. Хронопотенциометрия: кинетические параметры, определяемые в случае обратимого электрохимического процесса. Случай обратимого протекания окислительно-восстановительной реакции. Метод гальваностатического включения для смешанного контроля электрохимического процесса: случай малых перенапряжений и учет влияния двойного электрического слоя; случай больших перенапряжений.
- 3.3. Хроновольтамперометрия. Графические зависимости и уравнения хроновольтамперометрических кривых для случая обратимой окислительно-восстановительной реакции. Случай образования нерастворимого продукта. Метод хроновольтамперометрии для случая смешанного контроля процесса: медленный разряд (ионизация) и диффузия. Кинетические параметры электрохимической реакции, определяемые этим методом.
- 3.4. Циклические методы. Циклическая хроноамперометрия, хроно-потенциометрия и хроновольтамперометрия для случая обратимой электрохимической реакции. Определение кинетических параметров в случае смешанного контроля процесса: перенос заряда и диффузия.
- 3.5. Метод переменного тока. Метод комплексных амплитуд и его значение. Емкость и активное сопротивление в цепи переменного тока: анализ методом комплексных амплитуд. Адмитанс и импеданс. Представление импеданса на комплексной плоскости. Импеданс стадии замедленного разряда. Определение тока обмена. Диффузионный импеданс. Импеданс Эршлера-Рэндлса.
- 3.6. Общие принципы исследования механизма сложных многостадийных электрохимических процессов

№ п/п	№ раздела дисциплины	Наименование лабораторных и практических работ
1	2	Ознакомление с потенциостатом и правилами работы при реализации различных методов. Регистрация кривых ток – потенциал, потенциал-время и ток- время
2.	3	Ознакомление с аппаратурой, применяемой в методе переменного тока. Определение параметров различных эквивалентных схем, моделирующих замедленный разряд, замедленную диффузию, смешанный контроль электрохимической реакции.
3	3	Ознакомление с импульсным потенциостатом и реализацией с его помощью различных методов. Определение омической поляризации и компенсация её аппаратурным способом. Определение коэффициента диффузии ионов потенциостатическим импульсным методом.

5. Образовательные технологии, применяемые при изучении дисциплины

Программа дисциплины поделена на разделы, каждый раздел в свою очередь поделен на темы. Лекции читаются и лабораторные занятия проводятся в группах по 10-12 студентов.

Перед каждой лабораторной работой проводится собеседование, позволяющее оценить подготовку и глубину освоения теоретического материала.

Предполагается коллоквиум по теме «Общие принципы исследования механизма сложных многостадийных электрохимических процессов» и дискуссия по теме «Метод переменного тока»

Обработка экспериментальных данных и решение задач проводится в кафедральном дисплейном классе на персональных компьютерах с соответствующим программным обеспечением.

Адаптивные технологии, применяемые при обучении студентов с ОВЗ и инвалидностью

- необходимо создание комфортного психологического климата в студенческой группе;
 - обеспечение студентов печатными и электронными образовательными ресурсами;
 - проведение текущей и итоговой аттестации с учетом состояния здоровья обучающегося; в случае необходимости – предоставление дополнительного времени для подготовки ответа;
 - оказание помощи студенту в организации самостоятельной работы;
 - проведение индивидуальных консультаций;
 - в случае необходимости содействие обучению по индивидуальному учебному плану или индивидуальному графику обучения
- при необходимости предоставляется дополнительное время для подготовки ответа на экзамене.

6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины.

Самостоятельная работа студентов направлена на изучение теоретических основ метода, его аппаратного исполнения и возможностей. Уровень освоения материала проверяется собеседованием при подготовке к выполнению лабораторной работы и

письменным отчетом (протоколом) о выполненной работе. Текущий контроль проводится в форме зачета.

Вопросы для самоконтроля

1. Требования, предъявляемые к электрохимической ячейке (ЭЯ) и электролиту.
2. Основные принципы, правила подготовки и проведения электрохимических измерений.
3. Влияние формы рабочего электрода (РЭ) на равномерность распределения электрического поля в ЭЯ.
4. Способы подготовки электролита и поликристаллического исследуемого электрода для электрохимических измерений (ЭИ).
5. Требования, предъявляемые к вспомогательному электроду и электроду сравнения. Капилляр Луггина.
6. Общая классификация электрохимических методов исследования (ЭМИ). Краткая характеристика.
7. Принципиальные электрические схемы контроля тока в ЭЯ и потенциала исследуемого (рабочего) электрода.
8. Возможные механизмы электродных процессов. Лимитирующая стадия.
9. Диффузионная кинетика электродного процесса. Диффузия в перемешиваемом электролите при $I = \text{const}$. Возможные варианты.
10. Диффузионная кинетика электродного процесса. Диффузия в перемешиваемом электролите при контроле потенциала РЭ. Возможные варианты.
11. Диффузионная кинетика электродного процесса в стационарных условиях. Модель Нернста.
12. Диффузионная кинетика электродного процесса в стационарных условиях. Модель Прандтля.
13. Основные положения теории замедленного разряда. Формула Тафеля.
14. Ток обмена (i_0) и коэффициент переноса (α) электрохимической реакции. Физический смысл этих величин в рамках общих представлений о кинетике химических реакций.
15. Закономерности смешанной кинетики электродных процессов.
16. Метод хроновольтамперометрии.
17. Изменение концентрационного профиля активного вещества у поверхности электрода при линейной развертке потенциала. Уравнение Рендлса-Шевчика.
18. Анализ поляризационных кривых в координатах Рендлса-Шевчика. Критерии и границы применимости данного способа обработки экспериментальных данных
19. Метод ВДЭ. Общая характеристика. Применение метода в электроаналитических измерениях.
20. Метод ВДЭ. Общая характеристика. Определение коэффициента диффузии электроактивного вещества. Метод Хитчмана-Олбери.
21. Применение метода ВДЭ для исследования механизма сложных электрохимических процессов.
22. Анализ экспериментальных данных, полученных методом ВДЭ, в условиях смешанной кинетики электродного процесса.
23. Каким образом методом ВДЭ можно одновременно определить скорости двух параллельно протекающих электрохимических реакций?
24. Метод ВДЭ с кольцом.
25. Стационарные методы исследования в электрохимии.
26. Импульсный потенциостатический метод. Уравнение Котрела.
27. Релаксационные (импульсные) методы измерения в электрохимии. Характеристика, возможности.
28. Импульсный гальваностатический метод. Уравнение Санда-Караогланова.
29. Определение тока обмена электрохимической реакции (импульсный

- гальваностатический метод).
30. Измерения с переменным током. Эквивалентные электрические схемы.
 31. Импеданс Варбурга.
 32. Методы измерения импеданса. Обработка и интерпретация экспериментальных данных.
 33. Основные принципы исследования механизма сложных электрохимических превращений.

7. Данные для учета успеваемости студентов в БАРС

Таблица 1.1 Таблица максимальных баллов по видам учебной деятельности.

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Семестр	Лекции	Лабораторные занятия	Практические занятия	Самостоятельная работа	Автоматизированное тестирование	Другие виды учебной деятельности	Промежуточная аттестация	Итого
8	10	30	0	15	0	15	30	100

Программа оценивания учебной деятельности студента

8 семестр

Лекции – от 0 до 10 баллов, оцениваются посещаемость (5 баллов), активность в аудитории (5 баллов)

Диапазон баллов	Критерий оценки
0 баллов	Посещение менее 40% лекционных занятий
1 балла	Посещение 40-64% лекционных занятий
2 балла	Посещение 65-84% лекционных занятий
3 балла	Посещение 85-100% лекционных занятий
5 баллов	Посещение 85-100% лекционных занятий и участие в лекционных дискуссиях

Лабораторные занятия – от 0 до 30 баллов (3 лабораторных работ по 10 баллов каждая) оцениваются самостоятельность при выполнении работы (2 балла), грамотность в оформлении (3 балл), правильность выполнения.(5 балла)

Практические занятия – не предусмотрены

Самостоятельная работа – от 0 до 15 баллов уровень освоения материала проверяется собеседованием при подготовке к выполнению лабораторной работы. Средний балл (5) умножается на 3

Автоматизированное тестирование – не предусмотрено

Другие виды учебной деятельности (дискуссия (1), коллоквиум (1) – от 0 до 15 баллов.

	0	1-2	3-4	5-7,5
дискуссия	Не работал	Принимал слабое участие в разборе ситуационных задач (менее 50% аудиторного времени)	Участвовал в разборе ситуационных задач, работая 50 - 79% аудиторного времени. Приводил уточняющие	Предлагал конкретные ситуационные задачи. Участвовал в разборе, работая более 80% аудиторного времени

			дополнения	
Коллоквиум	Не участвовал в дискуссии	Способность выполнять задания, но отсутствие личной активности и самостоятельность и при работе в команде	Проявление инициативы в работе команды, но отсутствие способности грамотно преподнести материал	Присутствуют групповые и индивидуальные элементы работы, активность и грамотная подача материала

Промежуточная аттестация (зачет) — от 0 до 30 баллов

Зачет проходит в виде устного опроса: знание основных методов исследования (10 баллов), умение записать итоговые уравнения (10 баллов), анализ основных уравнений, лежащих в основе методов исследования, пределы их применимости, практическая значимость (10 баллов).

при проведении промежуточной аттестации

ответ на «отлично» / «зачтено» оценивается от 25 до 30 баллов;

ответ на «хорошо» оценивается / «зачтено» от 20 до 24 баллов;

ответ на «удовлетворительно» / «зачтено» оценивается от 15 до 19 баллов;

ответ на «неудовлетворительно» / «не зачтено» от 0 до 14 баллов

Таким образом, максимально возможная сумма баллов за все виды учебной деятельности студента за 8 семестр по дисциплине «Электрохимические методы исследования» составляет 100 баллов.

Таблица 2.1 Таблица пересчета полученной студентом суммы баллов по дисциплине «Электрохимические методы исследования» в оценку (зачет)

55-100 баллов	зачтено
0-54 балла	не зачтено

8. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

а) литература:

1. Анисимова Ж.П. Электрохимические методы анализа [Текст]: метод. Указания / Анисимова, Рагузина Л.М., Сальникова Е.В. Оренбург: ГОУ ОГУ. Б.г. 2009 – 38 с. нет. – Б.ц. (ЭБС «РУКОНТ»).
2. Гаврилов А.С. Электрохимические процессы в технологии микро- и наноэлектроники [Текст]: учеб. пос-ие / А.С.Гаврилов, А.Н. Белов. -2. Москва, изд. Центр РИОР, М.: ООО «Научно-издательский центр ИНФРА-М», 2014, 240 с. ISBN 978-5-369-01299-4: Б. ц. (ЭБС «ИНФРА-М»)\
3. Электрохимия [Текст]: учеб. по направлению и специальности «Химия» / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирлина. Москва: Химия, 2001. - 623 с. (и более поздние издания учебника)
4. Дамаскин, Б.Б. Электрохимия : учебное пособие / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирлина. — 3-е изд., испр. — Санкт-Петербург : Лань, 2015. — 672 с. — ISBN 978-5-8114-1878-7. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система «Лань» : [сайт]. — URL: <https://e.lanbook.com/book/58166>. — Режим доступа: для авториз. пользователей.

б) программное обеспечение и Интернет-ресурсы:



Программное обеспечение:

- 1) Microsoft Excel версии 2003 или новее или соответствующий аналог свободно распространяемых пакетов офисных приложений;
- 2) Microsoft Word версии 2003 или новее или соответствующий аналог свободно распространяемых пакетов офисных приложений.

Интернет-ресурсы:

1. Чуриков А.В. Электронный курс лекций Физхимия, 2 часть, “Электрохимия” 2012 г.. <https://www.sgu.ru/node/27/studentu/uchebnye-materialy>.
2. Чуриков А.В., Казаринов И.А. Электронный вариант курса лекций «Современные химические источники тока» // 1 файл; 1,7 Мб; 2012 год; размещено на сайте НБ СГУ в рубрике "ЭБ учебно-методической литературы" – http://library.sgu.ru/uch_lit/657.pdf.
3. И. М. Гамаюнова, М. М. Бурашникова, М.П. Смотров. «Электронные тестовые задания по электрохимии» [Электронный ресурс], 41 с, 2014 г. http://elibrary.sgu.ru/uch_lit/1047.pdf

9. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Для реализации учебного плана дисциплины «Электрохимические методы исследования» имеющееся материально-техническое обеспечение включает в себя:

- лекционные (групповые) аудитории;
- лабораторные практикумы по теоретической и прикладной электрохимии;
- лаборатории для проведения научно-исследовательской работы.

Для обработки результатов измерений и их графического представления, расширения коммуникационных возможностей обучающиеся имеют возможность работать в компьютерных классах с соответствующим программным обеспечением и выходом в Интернет.

Все компьютеры обеспечены необходимым комплектом лицензионного программного обеспечения: Microsoft Office 2003, 2007, Mathcad, Matlab.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки 04.03.01 Химия и профилю «Физическая химия».

Автор:

доцент кафедры физической химии
к.х.н., доцент И.М. Гамаюнова

Программа одобрена на заседании кафедры физической химии от 28 августа 2019 года, протокол № 1.

Приложение 1

Рекомендованная литература

1. А.В. Чуриков, М.А. Волгин, А.Н. Степанов. Теория и практическое приложение метода хронопотенциометрии // Учебное пособие для студентов химического факультета. Саратов, Изд-во Саратовского университета, 2007, 28 с. ISBN 978-5-292-03721-7
2. А.В. Чуриков, А.Н. Степанов. Спектроскопия электрохимического импеданса // Учебное пособие для студентов химического факультета. Саратов, Изд-во Саратовского университета, 2007, 32 с. ISBN 978-5-292-03722-4