

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского»**

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО
решением ученого совета ННГУ
протокол от
«___» _____ 20__ г. № ___

Рабочая программа дисциплины

Методы анализа высокочистых веществ и материалов

Уровень высшего образования
магистратура

Направление подготовки / специальность
18.04.01 – Химическая технология

Направленность образовательной программы
Химическая технология и материаловедение

Квалификация (степень)
магистр

Форма обучения
очная

Нижегород

2022 год

Лист актуализации

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 2022-2023 учебном году на заседании кафедры

Протокол от ___ 20__ г. № ___
Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 2023-2024 учебном году на заседании кафедры

Протокол от ___ 20__ г. № ___
Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 2024-2025 учебном году на заседании кафедры

Протокол от ___ 20__ г. № ___
Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

___ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 2025-2026 учебном году на заседании кафедры

Протокол от ___ 20__ г. № ___
Зав. кафедрой _____

1. Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина «Методы анализа высокочистых веществ и материалов», относится к дисциплинам базовой части Блока 1 ОПОП по направлению подготовки 04.04.01 «Химия» (Б1.В.ДВ.01.02), является дисциплиной по выбору для освоения студентами очной формы и преподается на втором году обучения в 3 семестре.

Теоретической базой, необходимой для успешного освоения курса «Методы анализа высокочистых веществ и материалов», являются:

1. Курс аналитической химии, преподаваемый на втором курсе на химическом факультете ННГУ.

2. Курсы «Экспериментальные методы неорганической химии» и «Методы исследования высокочистых веществ и материалов».

Дисциплина «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» является основой для дальнейшего успешного освоения студентами дисциплин специализации по профилю подготовки «Неорганическая химия» и выполнения научно-исследовательской работы (НИР), квалификационной работы магистра

Цели освоения дисциплины «Методы анализа высокочистых веществ и материалов»

Курс дисциплины «Методы анализа высокочистых веществ и материалов», преподаваемый на химическом факультете ННГУ им. Н. И. Лобачевского, ставит своими целями:

- обеспечить систематическое изучение принципов классификации высокочистых веществ и примесей в них (природа и агрегатное состояния веществ, концентрации примесей).
- приобретение знаний о методах качественного и количественного определения примесного состава высокочистых веществ и материалов с использованием традиционных и современных методов анализа.
- приобретение знаний об актуальных эффективных методах анализа высокочистых веществ и материалов и возможностях этих методов.

Курс «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» тесно связан с курсами «Аналитическая химия», «Экспериментальные методы неорганической химии», «Методы исследования высокочистых веществ и материалов» и обеспечивает целостное представления о дисциплине, сочетая фундаментальные теоретические и экспериментальные знания в области химии высокочистых веществ.

Изучение курса «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» расширяет и углубляет знания студента о методах исследования высокочистых веществ при помощи традиционных и современных методов определения состава веществ, полученные при изучении указанных выше курсах и способствует приобретению новых знаний, необходимых при выполнении квалификационных работ по получению, изучению состава и свойств высокочистых веществ.

Задачи дисциплины «Методы анализа высокочистых веществ и материалов»

Основной задачей курса «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» является усвоение студентами совокупности знаний о классификации высокочистых веществ, природе примесей, аппаратурном и методическом оформлении методов качественного и количественного определения примесей в высокочистых веществах, возможностей традиционных и современных методов анализа высокочистых веществ, обеспечивающих подготовку студентов к самостоятельной экспериментальной работе в химической лаборатории для выполнения работ по синтезу и анализу высокочистых неорганических веществ и материалов.

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями и индикаторами достижения компетенций)

Формируемые компетенции (код, содержание компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), в соответствии с индикатором достижения компетенции		Наименование оценочного средства
	Индикатор достижения компетенции* (код, содержание индикатора)	Результаты обучения по дисциплине**	
ПК-3 - I (углубленный уровень) Готовность использовать современную аппаратуру при проведении научных исследований	31 (ПК-3) - I	Знать методы исследования качественного и количественного примесного состава высокочистых неорганических веществ и материалов, аналитические возможности этих методов.	
	У3 (ПК-3) – I	Уметь обрабатывать результаты исследований по определению состава высокочистых неорганических веществ и материалов.	
	В1 (ПК-3) - I	Владеть современными приемами контроля степени чистоты неорганических веществ и материалов	

Окончательное завершение формирования компетенций, предусмотренных в рамках дисциплины, происходит при выполнении научно-исследовательской работы и выпускной квалификационной работы магистра.

3. Структура и содержание дисциплины

3.1 Трудоемкость дисциплины

	очная форма обучения	очно-заочная форма обучения	заочная форма обучения
Общая трудоемкость			
Часов по учебному плану	72		
в том числе			
аудиторные занятия (контактная работа):	47		
- занятия лекционного типа	32		
- занятия семинарского типа	15		

самостоятельная работа	23		
Промежуточная аттестация – экзамен	2		

3.2. Содержание дисциплины

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины, форма промежуточной аттестации по дисциплине	Всего (часы)	В том числе					
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них					Самостоятельная работа обучающегося, часы
		Занятия лекционного типа	Занятия практического типа	Занятия лабораторного типа	Консультации	Всего	
Тема 1. Введение. Классификация веществ по чистоте. Качественный и количественный состав примесей. Классификация методов анализа. Актуальные задачи и проблемы анализа высокочистых веществ и материалов.	8	4	2			6	2
Тема 2. Хроматография. Классификация методов хроматографии. Аппаратурное и методическое оформление, возможности методов ГХ (классы анализируемых веществ и примесей, пределы обнаружения).	9	4	2			6	3
Тема 3. Масс-спектрометрия. Аппаратурное и методическое оформление. Возможности метода масс-спектрометрии.	9	4	2			6	3
Тема 4. Хромато-масс-спектрометрия. Аппаратурное и методическое оформление, возможности метода хромато-масс-спектрометрии для анализа высокочистых веществ.	9	4	2			6	3

Тема 5. Метод инфракрасной (ИК-) спектроскопии. Аппаратурное и методическое оформление. Возможности ИК-спектроскопии для анализа высокочистых веществ.	9	4	2			6	3
Тема 6. Метод атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС). Аппаратурное и методическое оформление. Возможности применения АЭС для анализа высокочистых веществ и материалов.	9	4	2			6	3
Тема 7. Метод атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Аппаратурное и методическое оформление, возможности ААС.	9	4	2			6	3
Тема 8. Метод рентгеноспектрального анализа (РСА). Аппаратурное и методическое оформление, возможности РСА.	8	4	1			5	3
Контроль самостоятельной работы	2		2			2	
Итого	72	32	17			49	23

Текущий контроль успеваемости реализуется в рамках практических занятий. Итоговый контроль осуществляется при проведении экзамена.

Содержание разделов дисциплины.

Тема 1. Введение. Классификация веществ по чистоте. Роль веществ высокой чистоты в науке и технике. Классификация примесей, способы выражения их концентрации. Классификация методов для анализа высокочистых веществ и материалов. Актуальные задачи и проблемы анализа высокочистых веществ и материалов.

Тема 2. Метод газовой хроматографии. Теория хроматографического разделения. Классификация хроматографических методов. Типичная схема газового хроматографа. Основные параметры хроматографического процесса. Виды хроматографических колонок. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория хроматографии. Детектирование. Детектор по теплопроводности (катарометр) Детектор электронного захвата. Пламенно-ионизационный детектор. Пламенно-фотометрический детектор. Фотоионизационный детектор. Разрядный детектор. Возможности и особенности метода при анализе высокочистых веществ.

Тема 3. Метод масс-спектрометрии. Принципиальная схема масс-спектрометра. Методы ионизации. Ионизация электронным ударом. Фотоионизация. Химическая ионизация. Фрагментация ионов. Масс-анализаторы. Магнитный секторный анализатор. Квадрупольный анализатор. Масс-спектрометры с двойной фокусировкой. Времяпролётный масс-спектрометр. Разделение ионов. Скорость сканирования. Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой. Возможности метода при анализе высокочистых веществ.

Тема 4. Хромато-масс-спектрометрия. Аппаратурное и методическое оформление. Идентификация примесей. Возможности метода хромато-масс-спектрометрии при анализе высокочистых веществ.

Тема 5. Метод инфракрасной спектроскопии. Поглощение ИК-излучения веществом. Принципы устройства и работы ИК-спектрометров. Монохроматоры. Кюветы. Недиспергирующие приборы. Источники ИК-излучения. Приемники ИК-излучения. Возможности метода ИК спектроскопии при анализе высокочистых веществ.

Тема 6. Метод атомно-эмиссионной спектроскопии. Основы метода атомно-эмиссионной спектроскопии. Происхождение атомных спектров. Уширение спектральных линий. Проблема интерференции в атомно-эмиссионной спектроскопии. Принципиальная схема и принцип действия атомно-эмиссионного спектрометра. Методы атомизации: пламя, электрическая дуга, электрическая искра, индуктивно-связанная плазма. Способы монохроматизации и регистрации спектров. Возможности метода атомно-эмиссионной спектроскопии при анализе высокочистых веществ.

Тема 7. Метод атомно-абсорбционной спектроскопии. Основы метода атомно-абсорбционной спектроскопии. Принципиальная схема и принцип работы атомно-абсорбционного спектрометра. Источники излучения: лампа с полым катодом, безэлектродные разрядные лампы, настраиваемые лазеры. Атомизаторы: пламя, электротермические атомизаторы. Способы регистрации спектра. Возможности метода атомно-абсорбционной спектроскопии при анализе высокочистых веществ.

Тема 8. Рентгеноспектральный метод. Разновидности рентгеноспектрального анализа. Физические основы рентгеноспектрального и рентгенофлуоресцентного методов анализа. Возникновение рентгеновских лучей. Источники возбуждения: рентгеновская трубка, радиоактивные излучатели. Характеристическое излучение. Номенклатура энергетических уровней. Принципиальные схемы приборов для РФСА и РСА. Типы детекторов для волнодисперсионных рентгенофлуоресцентных спектрометров: пропорциональный счетчик и сцинтилляционный счетчик. Возможности рентгеноспектрального метода при анализе высокочистых веществ.

4. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

Самостоятельная работа студентов может проводиться в учебных аудиториях (лабораториях), в библиотечном читальном зале, и в домашних условиях, с использованием конспектов лекций, специальной и справочной литературы, а также доступом к Интернет-ресурсам для подготовки. К формам текущего контроля успеваемости дисциплины «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» относится: устный опрос

Типовые контрольные вопросы и задания для проведения текущего контроля итоговой аттестации приведены в п. 5.2.1

5. Фонд оценочных средств для итоговой аттестации по дисциплине «Методы анализа высокочистых веществ и материалов», включающий:

5.1. Перечень компетенций выпускников образовательной программы с указанием результатов обучения (знаний, умений, владений), характеризующих этапы их формирования, описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, в которых участвует дисциплина «Методы анализа высокочистых веществ и материалов», приведены в таблице.

ПК-3 - владение системой фундаментальных химических понятий и методологических аспектов химии, формами и методами научного познания

профессиональная компетенция выпускника программы магистратуры по направлению подготовки 04.04.01 «Химия».

Уровни освоения компетенций: углубленный.

При изучении дисциплины «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» студенты получают следующие знания, умения и владения в рамках освоения компетенции ПК-3:

З1 (ПК-3) - I: Знать методы исследования качественного и количественного примесного состава высокочистых неорганических веществ и материалов, аналитические возможности этих методов.

У3 (ПК-3) – I: Уметь обрабатывать результаты исследований по определению состава высокочистых неорганических веществ и материалов.

В1 (ПК-3) - I: Владеть современными приемами контроля степени чистоты неорганических веществ и материалов

Итоговый контроль качества усвоения студентами содержания дисциплины проводится в виде экзамена, на котором определяется:

- уровень усвоения студентами основного учебного материала по дисциплине;
- уровень понимания студентами изученного материала;
- способности студентов использовать полученные знания при ответах на вопросы.

Экзамен по дисциплине «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» проводится в 3 семестре в письменной форме в виде заданий теоретического курса (с предварительной подготовкой в течение 90 мин) и последующим собеседованием в рамках тематики вопросов из курса. Собеседование проводится в форме вопросов, на которые студент должен дать по возможности полный и развернутый ответ.

Для проведения итогового контроля сформированности компетенции обучающихся используется: ответы на вопросы экзамена.

Описание шкал оценивания сформированности компетенций по дисциплине «Методы анализа высокочистых веществ и материалов» приведено в таблице.

Шкала оценки при итоговой аттестации

Оценка	Уровень подготовки
Отлично	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «отлично», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «отлично»
Хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «хорошо», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «хорошо»
Удовлетворительно	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «удовлетворительно», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «удовлетворительно»
Неудовлетворительно	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно», ни одна из компетенций не сформирована на

	уровне «плохо»
--	----------------

5.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения.

5.2.1 Контрольные вопросы

<i>вопросы</i>	<i>Код формируемой компетенции</i>
Классификация веществ по чистоте.	ПК-3
Классификация примесей. Номенклатура концентраций.	ПК-3
Теория хроматографического разделения.	ПК-3
Классификация хроматографических методов.	ПК-3
Виды хроматографических колонок.	ПК-3
Теория теоретических тарелок.	ПК-3
Кинетическая теория хроматографии.	ПК-3
Разделение компонентов смеси. Фактор разделения, разрешение хроматографических пиков.	ПК-3
Особенности газохроматографического анализа высокочистых веществ.	ПК-3
Основные детекторы в методе газовой хроматографии. Возможности применения для анализа высокочистых веществ.	ПК-3
Устройство масс-спектрометра.	ПК-3
Методы ионизации вещества в масс-спектрометрии.	ПК-3
Типы масс-анализаторов в масс-спектрометрии.	ПК-3
Разрешение пиков ионов, скорость сканирования в масс-спектрометрии. Возможности анализа высокочистых веществ.	ПК-3
Метод ИК-спектроскопии. Поглощение ИК-излучения веществом.	ПК-3
Принципы устройства ИК-спектрометра. Возможности применения для анализа высокочистых веществ.	ПК-3
Источники и приёмники ИК-излучения.	ПК-3
Основы метода атомно-эмиссионной спектроскопии. Происхождение атомных спектров.	ПК-3
Основные типы атомизаторов в АЭС. Возможности применения метода для анализа высокочистых веществ.	ПК-3
Основы метода атомно-абсорбционной спектроскопии. Источники излучения.	ПК-3
Основные типы атомизаторов в ААС. Возможности применения метода для анализа высокочистых веществ. Способы регистрации спектра.	ПК-3
Разновидности рентгеноспектрального метода анализа.	ПК-3
Физические основы рентгеноспектрального и рентгенофлуоресцентного методов анализа. Возникновение рентгеновских лучей.	ПК-3
Источники возбуждения в рентгеноспектральном методе анализа.	ПК-3
Принципиальные схемы приборов для РФСА и РСА. Детекторы. Возможности применения метода для анализа высокочистых веществ.	ПК-3
Предельные возможности методов ААС, АЭС, ИК, РСА, ГХ, МС, ХМС при анализе высокочистых веществ.	ПК-3

5.2.2. Типовые тестовые задания для оценки сформированности компетенции

5.2.3. Типовые задания/задачи для оценки сформированности компетенции

5.2.4. Темы курсовых работ, эссе, рефератов

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

а) основная литература:

1. Основы аналитической химии. Изд. 2-е.: в 2 т. / под ред. Ю. А. Золотова. М. : Высшая школа, 2000. 351 с. (<http://www.lib.unn.ru/php/catalog.php?Index=0&IdField=130634014&DB=1>)
2. Отто М. Современные методы аналитической химии (в 2-х томах). М.: Техносфера. 2004.
3. Агафонов И.Л., Девярых Г.Г. Масс-спектрометрический анализ газов и паров особой чистоты. М.: Наука, 1980. 336 с. (<http://www.lib.unn.ru/php/catalog.php?Index=0&IdField=130590197&DB=1>)
4. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. 493 с. ISBN 5-94774-052-4 (<http://www.lib.unn.ru/php/catalog.php?Index=0&IdField=130654598&DB=1>)
5. Кросс А. Введение в практическую инфракрасную спектроскопию Пер. с англ. Ю. А. Пентина, М.: Химия, 1961, 182 с.
6. Дробышев А.И. Основы атомного спектрального анализа СПб.: Изд-во С-Петербург. ун-та., 1997. 200 с. (<http://www.lib.unn.ru/php/catalog.php?Index=0&IdField=130627138&DB=1>)
7. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. М., Химия, 1982, 208 с. (<http://www.lib.unn.ru/php/catalog.php?Index=0&IdField=130657785&DB=1>)
8. Вяхирев Д.А., Шушунова А.Ф. Руководство по газовой хроматографии. М.: Высш. шк., 1987. 335 с.

б) дополнительная литература:

1. Яшин Я.И., Яшин Е.Я., Яшин А.Я. Газовая хроматография. М.: ТрансЛит, 2009. 528 с.
2. Брицке М.Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ. // М. Химия. 1982. 223 с. (<http://www.lib.unn.ru/php/catalog.php?Index=0&IdField=130605386&DB=1>)
3. Блохин М. А. Методы рентгеноспектральных исследований, М.: Физматгиз,, 1959. 386 с. (<http://www.lib.unn.ru/php/catalog.php?Index=0&IdField=130602260&DB=1>)
4. Жуховицкий А.А., Туркельтауб Н.М. Газовая хроматография. М.: Гостоптехиздат. 1962. 442 с. (<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=86168&DB=1>)
5. Заикин В.Г., Варламов А.В., Микая А.И., Простаков Н.С. Основы масс-спектрометрии органических соединений. М. Химия, 2001. 195 с. https://fileskachat.com/file/61408_c02f5a286523e6af68ad2b899e810d69.html
6. Бражников В.В. Детекторы для хроматографии. М.: Машиностроение, 1992. 320 с.

в) программное обеспечение и Интернет-ресурсы (в соответствии с содержанием дисциплины)

Часть учебно-методической литературы для данной дисциплины доступны в электронно-библиотечных системах "ZNANIUM.COM" (режим доступа <http://www.lib.unn.ru/er/znanium.html>) и Издательства «Лань» (режим доступа <http://www.lib.unn.ru/er/lanj.html>), доступ к которой предоставлен студентам ННГУ.

Фонд ЭБС "ZNANIUM.COM" сформирован с учетом всех изменений образовательных стандартов и включает учебники, учебные пособия, монографии и другие издания, выпускаемые издательствами вузов, классифицированным по областям знаний.

ЭБС Издательства "Лань" включает в себя электронные версии книг издательства "Лань" и других ведущих издательств учебной литературы, а также электронные версии периодических изданий по естественным, в том числе - химическим, техническим и гуманитарным наукам.

Интернет-ресурсы:

1. <http://www.lib.unn.ru/er/znanium.html>.
2. <http://www.lib.unn.ru/er/lanj.html>.

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Помещения представляют собой учебные аудитории для проведения учебных занятий, предусмотренных программой, оснащенные оборудованием и техническими средствами обучения: (мультимедийный проектор, экран, ноутбук с выходом в сеть Интернет, доска и мел (для разбора частных вопросов и детализации теоретических аспектов дисциплины и решения практических задач).

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечены доступом в электронную информационно-образовательную среду

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО с учетом рекомендаций и ОПОП ВО по направлению подготовки 04.04.01 – Химия, направленность «Неорганическая химия».

Автор:

к.х.н., доцент кафедры неорганической химии _____ Тихонова Е.Л.

Рецензент:

с.н.с. ИХВВ им. Г.Г. Девярых РАН, к.х.н. _____ Созин А.Ю.

И.о. заведующего кафедрой неорганической химии,

К.х.н. _____ Пермин Д.А.