

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО

решением президиума Ученого совета ННГУ

протокол № 1 от 16.01.2024 г.

Рабочая программа дисциплины

Инструментальные методы анализа

Уровень высшего образования

Специалитет

Направление подготовки / специальность

04.05.01 - Фундаментальная и прикладная химия

Направленность образовательной программы

Неорганическая химия

Форма обучения

очная

г. Нижний Новгород

2024 год начала подготовки

1. Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина Б1.В.03.ДВ.02.02 Инструментальные методы анализа относится к части, формируемой участниками образовательных отношений образовательной программы.

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	Для текущего контроля успеваемости	Для промежуточной аттестации
ПК-1-н: Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии и/или смежных с химией науках	ПК-1-н.1: Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий ПК-1-н.2: Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов	ПК-1-н.1: Уметь выбрать лучший вариант и методику пробоподготовки и инструментального определения веществ в реальных объектах. Знать перспективы развития и возможности инструментальных методов анализа, основные области их применения, особенности процедур пробоподготовки. Владеть приемами пробоподготовки и работы на аналитическом оборудовании. ПК-1-н.2: Уметь оценивать метрологические характеристики анализа; использовать аппаратуру для инструментальных методов и применять её для решения конкретной задачи Знать основные алгоритмы математической обработки результатов химического анализа; отличия разных классов аналитического оборудования Владеть приемами математической обработки результатов химического эксперимента с помощью компьютерных технологий;	Допуск к лабораторной работе Отчет по лабораторным работам	Экзамен: Контрольные вопросы

		приемами измерения важнейших аналитических сигналов		
ПК-1-т: Способен определять способы, методы и средства решения технологических задач в рамках прикладных НИР в выбранной области химии	<p>ПК-1-т.1: Готовит детальные планы отдельных стадий прикладных НИР</p> <p>ПК-1-т.3: Предлагает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач в рамках прикладных НИР</p> <p>ПК-1-т.4: Проводит испытания инновационной продукции</p>	<p>ПК-1-т.1: Уметь обрабатывать результаты количественного химического анализа Знать последовательность этапов аналитического цикла и их особенности Владеть базовыми навыками отбора и подготовки пробы</p> <p>ПК-1-т.3: Уметь выбирать оптимальный инструментальный метод и виды оборудования для решения конкретных задач Знать возможности инструментальных методов анализа и их особенности Владеть навыками работы на основных видах приборов, применяемых в инструментальных методах</p> <p>ПК-1-т.4: Уметь приготовить образец к анализу инструментальными методами Знать требования по отбору и подготовке образцов к анализу Владеть навыками отбора, взвешивания, растворения пробы</p>	Допуск к лабораторной работе Отчет по лабораторным работам	Экзамен: Контрольные вопросы
ПК-2-н: Способен проводить информационные исследования в выбранной области химии и/или смежных с химией науках	ПК-2-н.1: Проводит поиск специализированной информации в информационных базах данных	ПК-2-н.1: Знать возможности инструментальных методов в идентификации и исследования свойств веществ и материалов, правила обработки и оформления результатов работы, нормы техники безопасности. Владеть навыками работы с научными базами данных, учебной литературой, основной терминологией и	Допуск к лабораторной работе Отчет по лабораторным работам	Экзамен: Контрольные вопросы

		понятийным аппаратом инструментальных методов анализа.		
ПК-3-н: Способен на основе критического анализа результатов НИР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в выбранной области химии и/или смежных с химией науках	ПК-3-н.1: Систематизирует информацию, полученную в ходе НИР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными ПК-3-н.2: Определяет возможные направления развития работ и перспективы практического применения полученных результатов	ПК-3-н.1: Уметь представить результат анализа. Знать требования по оформлению отчетов по научно-исследовательской работе. Владеть базовыми навыками оформления результатов аналитического эксперимента. ПК-3-н.2: Уметь использовать аппаратуру инструментальных методов и применять её для решения конкретной задачи. Знать принципы измерения важнейших аналитических сигналов. Владеть навыками решения прикладных задач с привлечением инструментальных методов анализа	Допуск к лабораторной работе Отчет по лабораторным работам	Экзамен: Контрольные вопросы

3. Структура и содержание дисциплины

3.1 Трудоемкость дисциплины

	очная
Общая трудоемкость, з.е.	9
Часов по учебному плану	324
в том числе	
аудиторные занятия (контактная работа):	
- занятия лекционного типа	64
- занятия семинарского типа (практические занятия / лабораторные работы)	160
- КСР	2
самостоятельная работа	26
Промежуточная аттестация	72
	Экзамен

3.2. Содержание дисциплины

(структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий)

Наименование разделов и тем дисциплины	Всего (часы)	в том числе			
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них			Самостоятельная работа обучающегося, часы
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа (практические занятия/лабораторные работы), часы	Всего	
	0 Ф 0	0 Ф 0	0 Ф 0	0 Ф 0	0 Ф 0
Атомно-эмиссионный анализ	14	6	6	12	2
Атомно-флуоресцентный метод	10	4	4	8	2
Атомно-абсорбционный метод анализа	14	6	6	12	2
Масс-спектрометрия	15	6	6	12	3
Пробоподготовка в спектрометрических методах анализа	10	4	4	8	2
Количественное определение примесей	10	4	4	8	2
Место фотометрического анализа среди ИМА	22	4	16	20	2
Теоретические основы фотометрического анализа	29	6	21	27	2
Оборудование для фотометрического анализа	14	6	6	12	2
Способы определения концентрации в фотометрическом анализе	68	6	60	66	2
Применение фотометрического анализа для изучения равновесий в растворах	29	6	21	27	2
Рентгено-флуоресцентный анализ	15	6	6	12	3
Аттестация	72				
КСР	2			2	
Итого	324	64	160	226	26

Содержание разделов и тем дисциплины

Тема 1. Атомно-эмиссионный анализ. Теоретические основы атомно-эмиссионного анализа. Понятие мультиплетности уровней. Правило отбора спектральных переходов. Принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрального прибора. Источники возбуждения спектров. Дуга переменного и постоянного тока. Высоковольтная искра. Полый катод. Индуктивно-связанная плазма. Приемники излучения. Связь спектральных характеристик элемента с его положением в Периодической системе. Линейчатые и сплошные спектры. Причины уширения спектральных линий. Интенсивность спектральной линии и его связь с природой атома и параметрами эксперимента. Явление самопоглощения. Уравнение Шейбе-Ломакина. Химические помехи в атомно-эмиссионной спектрометрии.

Тема 2. Атомно-флуоресценцентный метод. Физические основы атомно-флуоресценцентного метода. Методы атомизации в атомно-флуоресценцентном методе: пламенные и электротермические. Источники возбуждающего излучения: ксеноновая лампа, ртутная лампа, лазеры с перестраиваемой длиной волны. Понятие о резонансной атомной флуоресценции. Влияние интенсивности возбуждающего излучения на предельные возможности атомно-флуоресценцентного метода. Причины высокой разрешающей способности метода. Рассеяния излучения источника возбуждения - основной

фактор, влияющий на чувствительность метода. Использование нерезонансной флуоресценции.

Тема 3. Атомно-абсорбционный метод анализа. Теоретические основы метода. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрального прибора. Источники света. Лампа полого катода. Источники сплошного спектра. Способы атомизации в атомно-абсорбции. Пламенная атомизация.

Электротермическая атомизация. Графитовый электротермический атомизатор Львова. Неселективное поглощение, его учет и устранение. Влияние ионизации атомов на предельные возможности метода.

Буферирование. Помехи: химические и физические. Гидридный вариант атомно-абсорбционного анализа. Предельные возможности атомно-абсорбционного метода анализа.

Тема 4. Масс-спектрометрия. Общие принципы масс-спектрометрии. Достоинства метода. Возможности проведения изотопного и локального анализа. Схема и основные этапы проведения масс-спектрометрического анализа. Важнейшие способы ионизации. Типы масс-анализаторов. Получение масс-спектров. Разрешающая способность масс-спектрометра. Применение масс-спектрометрии для элементного и изотопного анализа. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой. Проблема интерференций и другие в масс-спектрометрическом анализе. Аналитические возможности и области применения масс-спектрометрического анализа.

Тема 5. Пробоподготовка в спектрометрических методах анализа. Концентрирование примесей в спектрометрических методах анализа дистиляционным и фильтрационным методами (газы, жидкости). Концентрирование примесей с использованием возгонки и удалением основного вещества переводом его в летучую форму (твердые вещества). Поверхностные загрязнения, их устранение.

Тема 6. Количественное определение примесей. Понятие о стандартных образцах. Применение и достоинства изотопно-меченных стандартных образцах. Методы абсолютной градуировки, внешнего и внутреннего стандарта.

18. Расчет погрешностей элементного анализа. Случайные и систематические погрешности.

Подтверждение правильности анализа. Методы внутреннего и внешнего подтверждения правильности анализа.

Тема 7. Место фотометрического анализа среди ИМА. Место фотометрического анализа среди других инструментальных методов. Классификация методов фотометрического анализа.

Тема 8. Теоретические основы фотометрического анализа. Электромагнитное излучение и его основные характеристики: длина волны, частота, волновое число, энергия. Связь между ними. Основные области спектра электромагнитного излучения. Происхождение спектров поглощения. Энергетическая диаграмма. Поглощение кванта и релаксация молекулы. Связь спектра поглощения со строением молекулы. Хромофоры и ауксохромы. Законы светопоглощения. Светопропускание (прозрачность).

Оптическая плотность. Правило аддитивности оптической плотности. Молярный коэффициент светопоглощения, его физический смысл, диапазон принимаемых значений. Размерность. Кажущееся значение молярного коэффициента светопоглощения, его расчет. Виды и причины отклонений от закона Бугера-Ламберта-Бера. Отрицательные и положительные отклонения. Кажущиеся причины:

недостаточная монохроматичность излучения, рассеянный свет, флуоресценция, химические отклонения. Истинные (физические) причины отклонения. Оборудование для фотометрического анализа. Колориметрический анализ. Основы метода, реализация, достоинства и недостатки.

Преимущества использования монохроматизированного излучения в фотометрии. Способы монохроматизации излучения: светофильтры, призмы, дифракционные решетки. Их достоинства и недостатки. Источники излучения в фотометрии. Кюветы, правила их выбора и работы с ними.

Детекторы излучения в фотометрии. Фотоэлементы с запирающим слоем, вакуумные фотоэлементы, фотоэлектронные умножители, фотосопротивления. Способы работы на однолучевых приборах (способ пропорциональных отклонений, способ равных отклонений) и двухлучевых приборах (дифференциальный способ, нулевой способ). Способы компенсации фототоков в двухлучевых приборах.

Тема 10. Способы определения концентрации в фотометрическом анализе: по известному значению молярного коэффициента светопоглощения, по оптической плотности стандартного раствора, способ градуировочного графика, способ добавок. Виды градуировочных графиков. Достоинства и недостатки.

Способы определения концентраций в фотометрии: фотометрическое титрование. Достоинства и

недостатки. Анализ многокомпонентных систем при помощи спектрофотометра. Варианты определения компонентов смеси двух и более веществ. Метрологические характеристики фотометрического анализа: правильность, воспроизводимость, чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний. Дифференциальный спектрофотометрический метод. Варианты. Решаемые задачи. Способ двусторонней дифференциальной спектрофотометрии, нахождение концентрации по градуировочному графику и аналитически. Экстракционно-фотометрический анализ. Сущность метода, решаемые задачи. Варианты анализа. Кинетический вариант спектрофотометрического анализа. Сущность метода, возможности, особенности. Индикаторная реакция и индикаторное вещество. Варианты кинетического анализа.

Тема 11. Применение фотометрического анализа для изучения равновесий в растворах. Алгебраический и графический способы нахождения констант диссоциации реактивов фотометрическим методом.

39. Определение состава комплексов методами изомолярных серий и насыщения. Определение состава комплексов методами Бента-Френча и сдвига равновесия. Определение состава комплексов методом Асмуса. Оценка прочности продуктов реакции по диаграммам методов изомолярных серий и насыщения а также методом Комаря.

Тема 12. Рентгенофлуоресцентный анализ. Свойства рентгеновского излучения и принципы его взаимодействия с веществом. Интервал длин волн и энергий рентгеновского излучения. Возникновение тормозного и характеристического рентгеновского излучения. Закон Мозли. Схема рентгеновских уровней. Правила отбора. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом (поглощение и рассеяние). Интерференция и дифракция рентгеновских лучей. Уравнение Брэгга-Вульфа.

Флуоресценция и Оже-переходы. Выход флуоресценции. Интенсивность линий спектра флуоресценции. Рентгенофлуоресцентные спектрометры. Принцип работы и основные блоки. Источники рентгеновского излучения. Рентгенофлуоресцентные спектрометры с волновой дисперсией. Принцип работы.

Приемники излучения. Конфигурация спектрометров с волновой дисперсией. Рентгенофлуоресцентные спектрометры с энергетической дисперсией. Принцип работы. Приемники излучения. Конфигурация спектрометров с волновой дисперсией. Рентгенофлуоресцентные спектрометры полного отражения. Качественный и количественный рентгенофлуоресцентный анализ. Основные приемы. Подготовка проб к рентгенофлуоресцентному анализу. Принцип качественного анализа. Причины и варианты матричных эффектов. Количественный анализ в РФС.

Практические занятия /лабораторные работы организуются, в том числе, в форме практической подготовки, которая предусматривает участие обучающихся в выполнении отдельных элементов работ, связанных с будущей профессиональной деятельностью.

На проведение практических занятий / лабораторных работ в форме практической подготовки отводится: очная форма обучения - 48 ч.

4. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

Самостоятельная работа обучающихся включает в себя подготовку к контрольным вопросам и заданиям для текущего контроля и промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины приведенным в п. 5.

Для обеспечения самостоятельной работы обучающихся используются:

- электронный курс "Методы атомной и молекулярной спектроскопии в аналитической химии" (<http://e-learning.unn.ru/enrol/index.php?id=819>).

Иные учебно-методические материалы: Абражеев Р.В. Методы атомной спектроскопии в аналитической химии: Учебно-методическое пособие. Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2011. 39 с.

Абражеев Р.В. Фотометрический анализ. Учебное пособие. Н.Новгород: Издательство ННГУ.

2020. 92 с.

Абражеев Р.В., Крылов В.А. Фотометрические методы анализа. Н.Новгород: Издательство ННГУ. 2022. 43 с.

Абражеев Р.В. Математическая обработка и представление результатов химического анализа. Н.Новгород: Издательство ННГУ. 2023. 50 с.

5. Фонд оценочных средств для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)

5.1 Типовые задания, необходимые для оценки результатов обучения при проведении текущего контроля успеваемости с указанием критериев их оценивания:

5.1.1 Типовые задания (оценочное средство - Допуск к лабораторной работе) для оценки сформированности компетенции ПК-1-н:

«Нефелометрическое и турбидиметрическое определение серебра»

1. Что лежит в основе турбидиметрического и нефелометрического методов анализа? Приведите основные уравнения.
2. Какие требования к объектам следует соблюдать в этих методах анализа?
3. Опишите устройство нефелометра НФМ и способы работы на нем.
4. Какая реакция положена в основу определения?
5. Какие реактивы и аппаратура используются в работе?
6. Как строится градуировочный график?
7. Как проводится определение серебра в выданной задаче?

5.1.2 Типовые задания (оценочное средство - Допуск к лабораторной работе) для оценки сформированности компетенции ПК-1-т:

«Определение фосфора в стали по реакции образования "молибденовой сини"»

1. Какие химические реакции лежат в основе определения?
2. Почему при определении требуется значительный избыток молибдата?
3. Опишите влияние кислотности на результаты определения. Как регулируется кислотность в ходе эксперимента?
4. Какие восстановители применяют для получения "молибденовой сини" и почему?
5. Какие ионы мешают определению и как устранить их мешающее влияние?
6. Какие реактивы и аппаратура используются в работе?
7. Как строится градуировочный график?

8. Как проводится определение фосфора в выданной задаче?

5.1.3 Типовые задания (оценочное средство - Допуск к лабораторной работе) для оценки сформированности компетенции ПК-2-н:

«Изучение абсорбционных спектров растворов бихромата и перманганата калия»

1. Сформулируйте правило аддитивности оптической плотности.
2. Чем вызвано различие в спектрах растворов хрома(VI) при различной кислотности этих растворов?
3. Как приготовить анализируемые растворы и растворы сравнения для снятия спектров поглощения?
4. Как выбрать длины волн для спектрофотометрического определения хрома и марганца, находящихся в смешанном растворе перманганата и бихромата калия?

5.1.4 Типовые задания (оценочное средство - Допуск к лабораторной работе) для оценки сформированности компетенции ПК-3-н:

«Определение алюминия в сплавах дифференциальным методом»

1. В чём разница между дифференциальной и обычной фотометрией?
2. В каких случаях дифференциальная фотометрия имеет преимущества перед обычной?
3. Чем отличаются градуировочный график дифференциальной фотометрии от обычной?
4. Какие химические реакции лежат в основе определения?
5. Какие ионы мешают определению и как устранить их мешающее влияние?
6. Какие реактивы и аппаратура используются в работе?
7. Как проводится эксперимент и как рассчитать содержание алюминия в выданной задаче?

Критерии оценивания (оценочное средство - Допуск к лабораторной работе)

Оценка	Критерии оценивания
зачтено	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «удовлетворительно»
не зачтено	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно»

5.1.5 Типовые задания (оценочное средство - Отчет по лабораторным работам) для оценки сформированности компетенции ПК-1-н:

1. По предложенным экспериментальным данным выбрать оптимальную длину волны фотометрирования окрашенного продукта.
2. По предложенным экспериментальным данным рассчитать молярный коэффициент светопоглощения окрашенного продукта.

5.1.6 Типовые задания (оценочное средство - Отчет по лабораторным работам) для оценки сформированности компетенции ПК-1-г:

1. Из предложенного перечня выбрать прибор, оптимальный для выполнения анализа конкретного образца.
2. Рассчитать массу навески образца, необходимую для выполнения анализа, исходя из возможностей метода.
3. Рассчитать количество кислоты, теоретически необходимое для растворения известной навески образца с ожидаемым содержанием аналита.

5.1.7 Типовые задания (оценочное средство - Отчет по лабораторным работам) для оценки сформированности компетенции ПК-2-н:

1. По предложенным экспериментальным данным рассчитать состав комплекса указанным способом.
2. По предложенным экспериментальным данным рассчитать константу устойчивости комплекса указанным способом.

5.1.8 Типовые задания (оценочное средство - Отчет по лабораторным работам) для оценки сформированности компетенции ПК-3-н:

1. По предложенным экспериментальным данным определить содержание аналита с помощью градуировочного графика.
2. По предложенным экспериментальным данным определить содержание аналита способом добавок.

Критерии оценивания (оценочное средство - Отчет по лабораторным работам)

Оценка	Критерии оценивания
зачтено	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «удовлетворительно»
не зачтено	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно»

5.2. Описание шкал оценивания результатов обучения по дисциплине при промежуточной аттестации

Шкала оценивания сформированности компетенций

Уровень сформированности компет	плохо	неудовлетворительно	удовлетворительно	хорошо	очень хорошо	отлично	превосходно

енций (индик атора достиж ения компет енций)	не зачтено		зачтено				
<u>Знания</u>	Отсутствие знаний теоретического материала. Невозможность оценить полноту знаний вследствие отказа обучающегося от ответа	Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки	Минимально допустимый уровень знаний. Допущено много негрубых ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько негрубых ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько несущественных ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Ошибок нет.	Уровень знаний в объеме, превышающем программу подготовки.
<u>Умения</u>	Отсутствие минимальных умений. Невозможность оценить наличие умений вследствие отказа обучающегося от ответа	При решении стандартных задач не продемонстрированы основные умения. Имели место грубые ошибки	Продemonстрированы основные умения. Решены типовые задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания, но не в полном объеме	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с отдельным и несущественными недочетами, выполнены все задания в полном объеме	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания, в полном объеме без недочетов
<u>Навыки</u>	Отсутствие базовых навыков. Невозможность оценить наличие навыков вследствие отказа обучающегося от ответа	При решении стандартных задач не продемонстрированы базовые навыки. Имели место грубые ошибки	Имеется минимальный набор навыков для решения стандартных задач с некоторыми недочетами	Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач с некоторыми недочетами	Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач без ошибок и недочетов	Продemonстрированы навыки при решении нестандартных задач без ошибок и недочетов	Продemonстрирован творческий подход к решению нестандартных задач

Шкала оценивания при промежуточной аттестации

Оценка		Уровень подготовки
зачтено	превосходно	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «превосходно», продемонстрированы знания, умения, владения по соответствующим компетенциям на уровне выше предусмотренного программой
	отлично	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «отлично».

	очень хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «очень хорошо»
	хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «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»
не зачтено	неудовлетворительно	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно».
	плохо	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «плохо»

5.3 Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения на промежуточной аттестации с указанием критериев их оценивания:

5.3.1 Типовые задания (оценочное средство - Контрольные вопросы) для оценки сформированности компетенции ПК-1-н

Атомно-эмиссионный анализ

1. Теоретические основы атомно-эмиссионного анализа. Понятие мультиплетности уровней. Правило отбора спектральных переходов. Принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрального прибора.
2. Источники возбуждения спектров. Дуга переменного и постоянного тока. Высоковольтная искра. Полый катод. Индуктивно-связанная плазма. Приемники излучения.
3. Связь спектральных характеристик элемента с его положением в Периодической системе. Линейчатые и сплошные спектры. Причины уширения спектральных линий.
4. Интенсивность спектральной линии и его связь с природой атома и параметрами эксперимента. Явление самопоглощения. Уравнение Шейбе-Ломакина. Химические помехи в атомно-эмиссионной спектроскопии.

Атомно-флуоресцентный метод

1. Физические основы атомно-флуоресцентного метода. Методы атомизации в атомно-флуоресцентном методе: пламенные и электротермические. Источники возбуждающего излучения: ксеноновая лампа, ртутная лампа, лазеры с перестраиваемой длиной волны.
2. Понятие о резонансной атомной флуоресценции. Влияние интенсивности возбуждающего излучения на предельные возможности атомно-флуоресцентного метода. Причины высокой разрешающей способности метода.
3. Рассеяния излучения источника возбуждения - основной фактор, влияющий на чувствительность метода. Использование нерезонансной флуоресценции.

5.3.2 Типовые задания (оценочное средство - Контрольные вопросы) для оценки сформированности компетенции ПК-1-т

Атомно-абсорбционный метод анализа

1. Теоретические основы метода. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрального прибора. Источники света. Лампа полого катода. Источники сплошного спектра.

2. Способы атомизации в атомно-абсорбции. Пламенная атомизация. Электротермическая атомизация. Графитовый электротермический атомизатор Львова. Неселективное поглощение, его учет и устранение.
3. Влияние ионизации атомов на предельные возможности метода. Буферирование. Помехи: химические и физические. Гидридный вариант атомно-абсорбционного анализа.
4. Предельные возможности атомно-абсорбционного метода анализа.

Масс-спектрометрия

1. Общие принципы масс-спектрометрии. Достоинства метода. Возможности проведения изотопного и локального анализа. Схема и основные этапы проведения масс-спектрометрического анализа.
2. Важнейшие способы ионизации. Типы масс-анализаторов. Получение масс-спектров. Разрешающая способность масс-спектрометра. Применение масс-спектрометрии для элементного и изотопного анализа.
3. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой. Проблема интерференций и другие в масс-спектрометрическом анализе. Аналитические возможности и области применения масс-спектрометрического анализа.

5.3.3 Типовые задания (оценочное средство - Контрольные вопросы) для оценки сформированности компетенции ПК-2-н

Теоретические основы фотометрического анализа

1. Электромагнитное излучение и его основные характеристики: длина волны, частота, волновое число, энергия. Связь между ними. Основные области спектра электромагнитного излучения.
2. Происхождение спектров поглощения. Энергетическая диаграмма. Поглощение кванта и релаксация молекулы. Связь спектра поглощения со строением молекулы. Хромофоры и ауксохромы.
3. Законы светопоглощения. Светопропускание (прозрачность). Оптическая плотность. Правило аддитивности оптической плотности.
4. Молярный коэффициент светопоглощения, его физический смысл, диапазон принимаемых значений. Размерность. Кажущееся значение молярного коэффициента светопоглощения, его расчет.
5. Виды и причины отклонений от закона Бугера-Ламберта-Бера. Отрицательные и положительные отклонения. Кажущиеся причины: недостаточная монохроматичность излучения, рассеянный свет, флуоресценция, химические отклонения. Истинные (физические) причины отклонения.

Применение фотометрического анализа для изучения равновесий в растворах

1. Алгебраический и графический способы нахождения констант диссоциации реактивов фотометрическим методом.
2. Определение состава комплексов методами изомолярных серий и насыщения.
3. Определение состава комплексов методами Бента-Френча и сдвига равновесия.
4. Определение состава комплексов методом Асмуса.
5. Оценка прочности продуктов реакции по диаграммам методов изомолярных серий и насыщения а также методом Комаря.

5.3.4 Типовые задания (оценочное средство - Контрольные вопросы) для оценки сформированности компетенции ПК-3-н

Способы определения концентрации в фотометрическом анализе

1. Способы определения концентраций в фотометрии: по известному значению молярного коэффициента светопоглощения, по оптической плотности стандартного раствора, способ градуировочного графика, способ добавок. Виды градуировочных графиков. Достоинства и недостатки.
2. Способы определения концентраций в фотометрии: фотометрическое титрование. Достоинства и недостатки.
3. Анализ многокомпонентных систем при помощи спектрофотометра. Варианты определения компонентов смеси двух и более веществ.
4. Метрологические характеристики фотометрического анализа: правильность, воспроизводимость, чувствительность, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний.
5. Дифференциальный спектрофотометрический метод. Варианты. Решаемые задачи. Способ двусторонней дифференциальной спектрофотометрии, нахождение концентрации по градуировочному графику и аналитически.
6. Экстракционно-фотометрический анализ. Сущность метода, решаемые задачи. Варианты анализа.
7. Кинетический вариант спектрофотометрического анализа. Сущность метода, возможности, особенности. Индикаторная реакция и индикаторное вещество. Варианты кинетического анализа.

Количественное определение примесей

1. Понятие о стандартных образцах. Применение и достоинства изотопно-меченных стандартных образцах. Методы абсолютной градуировки, внешнего и внутреннего стандарта.
2. Расчет погрешностей элементного анализа. Случайные и систематические погрешности.
3. Подтверждение правильности анализа. Методы внутреннего и внешнего подтверждения правильности анализа

Критерии оценивания (оценочное средство - Контрольные вопросы)

Оценка	Критерии оценивания
превосходно	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «превосходно», продемонстрированы знания, умения, владения по соответствующим компетенциям на уровне выше предусмотренного программой
отлично	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «отлично».
очень хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «очень хорошо»
хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «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».

Оценка	Критерии оценивания
плохо	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «плохо»

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля)

Основная литература:

1. Основы аналитической химии. Кн. 1 : Общие вопросы. Методы разделения. - Изд. 2-е, перераб. и доп. - М. , 2002. - 351 с. : ил. - ISBN 5-06-003558-1 (кн. 1). - ISBN 5-06-003560-3 : 76.45. Основы аналитической химии. Кн. 1 : Общие вопросы. Методы разделения. - М. , 2002. - Изд. 2-е, перераб. и доп. - 351 с. : ил. - ISBN 5-06-003558-1 (кн. 1). - ISBN 5-06-003560-3 : 76.45., 50 экз.
2. Основы аналитической химии : [учеб. для вузов] : в 2 кн. Кн. 2 : Методы химического анализа / под ред. Ю. А. Золотова. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высшая школа, 2002. - 494 с. : ил. - ISBN 5-06-003559-X (кн. 2). - ISBN 5-06-003560-3 : 130.00., 47 экз.
3. Кристиан Гэри. Аналитическая химия = Analytical Chemistry : [пер. с англ.] : в 2 т. - М. : Бинوم. Лаборатория знаний, 2011-. - (Лучший зарубежный учебник). Аналитическая химия . Т. 1 / пер. с англ. А. В. Гармаша, Н. В. Колычевой, Г. В. Прохоровой ; вступ. ст. Ю. А. Золотова. - М., 2011. - 623 с. : ил. - ISBN 978-5-94774-390-6 (т. 1) : 364.00., 4 экз.
4. Кристиан Гэри. Аналитическая химия = Analytical Chemistry : [пер. с англ.] : в 2 т. - М. : Бинوم. Лаборатория знаний, 2011-. - (Лучший зарубежный учебник). Аналитическая химия : в 2 т. Т. 2 / пер. с англ. А. В. Гармаша [и др.]. - М., 2011. - 504 с. : ил. - ISBN 978-5-94774-391-3 (т. 2) : 362.89., 4 экз.
5. Литвин Феликс Федорович. Молекулярная спектроскопия: основы теории и практика : Учебное пособие. - Москва : ООО "Научно-издательский центр ИНФРА-М", 2014. - 263 с. - ВО - Бакалавриат. - ISBN 978-5-16-005727-9. - ISBN 978-5-16-100667-2., <https://e-lib.unn.ru/MegaPro/UserEntry?Action=FindDocs&ids=620556&idb=0>.
6. Куприянов М.Ф. Современные методы структурного анализа веществ : Учебник. - Ростов-на-Дону : Издательство Южного федерального университета (ЮФУ), 2009. - 288 с. - ВО - Магистратура. - ISBN 978-5-9275-0653-8., <https://e-lib.unn.ru/MegaPro/UserEntry?Action=FindDocs&ids=620557&idb=0>.
7. Никитина Нина Георгиевна. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа : Учебник и практикум для вузов / Никитина Н. Г., Борисов А. Г., Хаханина Т. И. ; под ред. Никитиной Н.Г. - 4-е изд. - Москва : Юрайт, 2020. - 394 с. - (Высшее образование). - ISBN 978-5-534-00427-4 : 929.00. - Текст : электронный // ЭБС "Юрайт"., <https://e-lib.unn.ru/MegaPro/UserEntry?Action=FindDocs&ids=573849&idb=0>.

Дополнительная литература:

1. Отто М. Современные методы аналитической химии / пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. - 2-е испр. изд. - М. : Техносфера, 2006. - 416 с. - (Мир химии). - ISBN 5-94836-072-5 : 275.00., 6 экз.
2. Васильев Владимир Павлович. Аналитическая химия : учеб. для студентов вузов, обучающихся по хим.-технол. специальностям : в 2 кн. - 4-е изд., стер. - М. : Дрофа, 2004-. - (Высшее

образование). Аналитическая химия. Кн. 2 : Физико-химические методы анализа. - М., 2005. - 5-е изд., стер. - 383, [1] с. : ил. - ISBN 5-7107-9469-4 (кн. 2) : 115.00., 19 экз.

3. Марченко Зигмунт. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе = Spektrofotometryczne Metody w Analizie Nieorganicznej / пер. с пол. А. В. Гермаша. - М. : Бином. Лаборатория знаний, 2007. - 711 с. : ил. - (Методы в химии). - ISBN 978-5-94774-369-2 : 271.04., 3 экз.

4. Аналитическая химия. - Ч.2: Количественный анализ (оптические, рентгенофазовый и рентгеноструктурный методы) / Смирнов А.Д., Голубев А.М., Горячева В.Н. - Москва : МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2007., <https://e-lib.unn.ru/MegaPro/UserEntry?Action=FindDocs&ids=643624&idb=0>.

5. Нипрук Оксана Валентиновна. Рентгенофлуоресцентная спектрометрия : учеб. пособие для студентов ННГУ, обучающихся по направлению подготовки "Химия" / [под ред. В. А. Крылова] ; ННГУ. - Н. Новгород : Изд-во ННГУ, 2013. - 91 с. - ISBN 978-5-91326-266-0 : 148.33., 2 экз.

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

1. Библиотека химического факультета МГУ [Электронный ресурс]:

<http://www.chem.msu.ru/rus/library/welcome.html>.

2. Химик. Сайт о химии. Статья Фотометрический анализ.

<http://www.xumuk.ru/encyklopedia/2/4887.html>

3. Справочник химика. Электронная версия. Фотометрический анализ.

<http://chem21.info/info/8528/>

4. Новая электронная библиотека. Автор не указан. Фотометрические методы анализа.

Учебное пособие. <http://read.newlibrary.ru/read.php/pdf=14575>

5. Абражеев Р.В. Методы атомной и молекулярной спектроскопии в аналитической химии (Электронный управляемый курс). – Нижний Новгород: ННГУ, 2015. [Электронный ресурс] – Режим доступа: <http://e-learning.unn.ru/enrol/index.php?id=819>.

6. Гармаш А.В., Сорокина М.Н. Метрологические основы аналитической химии

[Электронный ресурс]: <http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/analyt/garmash.pdf>.

7. Черноруков Н.Г., Нипрук О.В. Теория и практика рентгенофлуоресцентного анализа.

Электронное учебно-методическое пособие. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. 57 с. [Электронный ресурс]:

http://www.unn.ru/books/met_files/RFA.pdf

8. Черноруков Н.Г., Нипрук О.В. Основы рентгенофлуоресцентного анализа. Электронное учебно-методическое пособие. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2007. 75 с. [Электронный ресурс]:

<http://www.unn.ru/e-library/aids.html?posdate=2007&pscience=4>

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля)

Учебные аудитории для проведения учебных занятий, предусмотренных образовательной программой, оснащены мультимедийным оборудованием (проектор, экран), техническими средствами обучения, специализированным оборудованием: лабораторная посуда и реактивы; фотоэлектроколориметры КФК-2, КФК-3, спектрофотометры Shimadzu UV mini-1240, лабораторные весы AUX 320 (Shimadzu), магнитные мешалки, плитки для нагрева.

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 ОС ННГУ по направлению подготовки/специальности 04.05.01 - Фундаментальная и прикладная химия.

Автор(ы): Сироткин Роман Григорьевич

Абражеев Ростислав Владиславович, кандидат химических наук, доцент

Нипрук Оксана Валентиновна, доктор химических наук, профессор.

Заведующий кафедрой: Князев Александр Владимирович, доктор химических наук.

Программа одобрена на заседании методической комиссии от 28.09.2023 г., протокол № 1.