

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

Рентгенофлуоресцентный анализ

Уровень высшего образования

Магистратура

Направление подготовки / специальность

04.04.01 - Химия

Направленность образовательной программы

Аналитическая и медицинская химия в современных технологиях

Форма обучения

очная

г. Нижний Новгород

2024 год начала подготовки

1. Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина Б1.В.03.04 Рентгенофлуоресцентный анализ 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
<i>ПК-1-н: Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии и/или смежных с химией науках</i>	<i>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</i>	<i>ПК-1-н.1: Знать возможности и область применения рентгеновских методов анализа. Уметь выбирать метод рентгеновского анализа для решения конкретной аналитической задачи. Владеть основными приемами проведения анализа с использованием современных рентгеновских методов анализа. ПК-1-н.2: Знать экспериментальные и расчетно-теоретические методы установления качественного и количественного состава объектов с использованием рентгеновских методов анализа. Уметь выбирать оптимальный экспериментальный и расчетно-теоретический метод качественного и количественного анализа для решения конкретной аналитической задачи. Владеть стандартными экспериментальными и расчетно-теоретическими методами установления качественного и</i>	<i>Опрос</i>	<i>Экзамен: Контрольные вопросы</i>

		количественного состава твердых и жидких образцов с использованием рентгеновских методов анализа.		
ПК-2-н: Способен проводить информационные исследования в выбранной области химии, химической технологии и/или смежных с химией науках	<p>ПК-2-н.1: Проводит поиск специализированной информации в информационных базах данных</p> <p>ПК-2-н.2: Анализирует и обобщает результаты поиска по тематике проекта в области неорганической химии и/или смежных с химией науках</p>	<p>ПК-2-н.1: Знать физические процессы, происходящие при взаимодействии рентгеновского излучения с веществом. Уметь пользоваться информационными ресурсами для нахождения значений энергий краев поглощения и энергий характеристического рентгеновского излучения химических элементов. Владеть терминологией, используемой в современных рентгеновских методах анализа.</p> <p>ПК-2-н.2: Знать теоретические основы современных рентгеновских методов анализа. Уметь критически оценивать результаты анализа объектов современными рентгеновскими методами. Владеть метрологическими характеристиками современных рентгеновских методов анализа.</p>	Опрос	Экзамен: Контрольные вопросы
ПК-3-н: Способен на основе критического анализа результатов НИР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии и/или смежных с химией науках	<p>ПК-3-н.1: Систематизирует информацию, полученную в ходе НИР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными</p> <p>ПК-3-н.2: Определяет возможные направления развития работ и перспективы практического применения полученных результатов</p>	<p>ПК-3-н.1: Знать сущность взаимного влияния отдельных компонентов на возможность их обнаружения и определения при совместном присутствии с использованием современных рентгеновских методов. Уметь использовать справочные данные для оптимизации экспериментальных исследований с использованием рентгеновских методов анализа. Владеть основными способами устранения</p>	Опрос	Экзамен: Контрольные вопросы

		<p>матричных эффектов при анализе современными рентгеновскими методами.</p> <p>ПК-3-н.2: Знать основные способы пробоотбора и пробоподготовки при использовании современных рентгеновских методов. Уметь оценить погрешность анализа современными рентгеновскими методами и сопоставить с их возможностями. Владеть навыками работы на современном рентгеновском оборудовании.</p>		
--	--	--	--	--

3. Структура и содержание дисциплины

3.1 Трудоемкость дисциплины

	очная
Общая трудоемкость, з.е.	5
Часов по учебному плану	180
в том числе	
аудиторные занятия (контактная работа):	
- занятия лекционного типа	32
- занятия семинарского типа (практические занятия / лабораторные работы)	32
- КСР	2
самостоятельная работа	78
Промежуточная аттестация	36 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			Самостоятельная работа обучающегося, часы
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них			
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа (практические занятия/лабораторные работы), часы	Всего	
	0	0	0	0	0

	ф о	ф о	ф о	ф о	ф о
Основы физики рентгеновского излучения	48	11	11	22	26
Принцип работы рентгенофлуоресцентных спектрометров	46	10	10	20	26
Качественный и количественный рентгенофлуоресцентный анализ	48	11	11	22	26
Аттестация	36				
КСР	2			2	
Итого	180	32	32	66	78

Содержание разделов и тем дисциплины

I. Свойства рентгеновского излучения и принципы его взаимодействия с веществом.

Характеристика рентгеновского излучения. Возникновение рентгеновского излучения. Тормозное рентгеновское излучение. Характеристическое излучение. Механизм возникновения. Закон Мозли. Схема рентгеновских уровней. Правила отбора. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Ослабление интенсивности рентгеновского излучения. Рассеяние рентгеновского излучения. Когерентное и некогерентное рассеяние. Интерференция и дифракция. Уравнение Брэгга-Вульфа. Флуоресценция и Оже-переходы. Выход флуоресценции. Интенсивность линий спектра флуоресценции.

II. Рентгенофлуоресцентные спектрометры. Принцип работы и основные блоки.

Источники рентгеновского излучения. Рентгеновские трубки. Рентгеновская трубка с боковым окном. Рентгеновская трубка с торцевым окном. Радиоактивные изотопы. Рентгенофлуоресцентные спектрометры. Спектрометры с волновой дисперсией. Принцип работы. Приемники излучения. Конфигурация спектрометров с волновой дисперсией. Спектрометры с энергетической дисперсией. Принцип работы. Приемники излучения. Конфигурация приборов с энергетической дисперсией. Рентгенофлуоресцентные спектрометры полного отражения.

III. Качественный и количественный рентгенофлуоресцентный анализ. Основные приемы.

Подготовка проб к рентгенофлуоресцентному анализу. Общие требования к этапу приготовления излучателей. Факторы, влияющие на величину погрешности пробоподготовки. Выбор оптимальных условий возбуждения рентгеновской флуоресценции. Факторы, влияющие на интенсивность первичного рентгеновского излучения. Выделение рентгеновского излучения с помощью фильтра. Рентгеновский фон и способы его учета. Зависимость интенсивности линий спектра флуоресценции от концентрации элементов в пробе. Характерные особенности зависимости между интенсивностью и концентрацией в рентгенофлуоресцентном анализе. Взаимные влияния элементов. Характеристика взаимных влияний элементов. Способы рентгенофлуоресцентного анализа. Прямой способ внешнего стандарта. Способ стандарта фона. Способ внутреннего стандарта. Эмпирические уравнения связи. Способ Битти-Бирси. Способ Лачанса-Трэйля. Способ Расберри-Хайнриха. Полуэмпирические уравнения связи. Способ стандартов-бинаров. Вариант способа калибровки с использованием параметра K_j . Способ теоретических поправок. Способ фундаментальных параметров. Правильность, воспроизводимость и пределы обнаружения. Практическое применение.

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 - 16 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.

Нипрук О.В. Рентгенофлуоресцентная спектрометрия: Учебное пособие. - Н.Новгород, 2013. - 91 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 - Опрос) для оценки сформированности компетенции ПК-1-н:

1. Каким образом следует подготовить поверхность образца, чтобы получить более точные результаты?
2. По каким линиям следует проводить определение?
3. Все ли элементы можно определить методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии?
4. Какова пробоподготовка образца?
5. Как влияет размер частиц на результаты анализа?
6. Какие факторы необходимо учитывать при пробоподготовке?
7. Какие аналитические линии следует выбрать и по какой причине?
8. Какой формы градуировочный график ожидается для каждого из определяемых элементов (линейный, выпуклый или вогнутый)?
9. На чем основано определение толщины металлического покрытия методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии?
10. Какова должна быть толщина покрытия, чтобы ее можно было определить методом РФА.
11. Какова последовательность проведения операций при установлении толщины слоя покрытия

5.1.2 Типовые задания (оценочное средство - Опрос) для оценки сформированности компетенции ПК-2-н:

1. На чем основан качественный анализ в рентгенофлуоресцентной спектрометрии?
2. В чем сущность метода фундаментальных параметров?
3. Методика проведения эксперимента.

5.1.3 Типовые задания (оценочное средство - Опрос) для оценки сформированности компетенции ПК-3-н:

1. Каким образом готовят образцы сравнения для получения градуировочного графика?
2. Каким образом влияет кремний на определение мышьяка?
3. Какие образцы лучше анализировать с точки зрения точности и чувствительности: порошкообразные или спресованные?
4. Совпадут ли градуировочные графики при использовании в качестве растворов сравнения растворов $Fe_2(SO_4)_3$ и $FeCl_3$ с одинаковой концентрацией железа?
5. В каком интервале концентраций можно определять железо в водных растворах этим методом и почему?

6. Какие элементы могут мешать определению железа и как можно устранить это влияние?

Критерии оценивания (оценочное средство - Опрос)

Оценка	Критерии оценивания
зачтено	Даны исчерпывающие и обоснованные ответы на все поставленные вопросы, при ответах выделялось главное, развернутый ответ без принципиальных ошибок; логически выстроенное содержание ответа; мысли излагались в логической последовательности; показано умение самостоятельно анализировать факты, события, явления, процессы в их взаимосвязи и диалектическом развитии; полное знание терминологии по данной теме; четкое выделение причинно-следственных связей между основными категориями; умение ответить на вопрос без использования индивидуального письменного конспекта; использование презентационных материалов
не зачтено	Неполный ответ на вопрос; неполное знание терминологии; наличие некоторых существенных ошибок в изложении основных фактов, теорий; неумение провести логические параллели, выводы; неумение выделить причины и следствия важнейших категорий; неспособность ответить без помощи письменного конспекта; знание основной литературы, рекомендованной к семинару.

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

Шкала оценивания сформированности компетенций

Уровень сформированности компетенций (индикатора достижения компетенций)	плохо	неудовлетворительно	удовлетворительно	хорошо	очень хорошо	отлично	превосходно
	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 и. Ошибок нет.	Уровень знаний в объеме, превышающем программу подготовки.
<u>Умения</u>	Отсутствие минимальных умений. Невозможность оценить наличие умений вследствие отказа обучающегося от	При решении стандартных задач не продемонстрированы основные умения. Имели место грубые ошибки	Продемонстрированы основные умения. Решены типовые задачи с негрубыми ошибками.	Продемонстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с негрубыми	Продемонстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены	Продемонстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с	Продемонстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания, в

	ответа		Выполнены все задания, но не в полном объеме	ошибками. Выполнены все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами	все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами	отдельным и несущественными недочетами, выполнены все задания в полном объеме	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 некоторым и недочетами	Продемонстрированы базовые навыки при решении стандартных задач с некоторым и недочетами	Продемонстрированы базовые навыки при решении стандартных задач без ошибок и недочетов	Продемонстрированы навыки при решении нестандартных задач без ошибок и недочетов	Продемонстрирован 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

1. Подготовка проб к рентгенофлуоресцентному анализу. Общие требования к этапу приготовления излучателей. Факторы, влияющие на величину погрешности пробоподготовки.
2. Выбор оптимальных условий возбуждения рентгеновской флуоресценции. Факторы, влияющие на интенсивность первичного рентгеновского излучения. Выделение рентгеновского излучения с помощью фильтра. Рентгеновский фон и способы его учета.
3. Зависимость интенсивности линий спектра флуоресценции от концентрации элементов в пробе. Характерные особенности зависимости между интенсивностью и концентрацией в рентгенофлуоресцентном анализе.
4. Эмпирические уравнения связи. Способ Битти-Бирси. Способ Лачанса-Трэйля. Способ Расберри-Хайнриха. Полуэмпирические уравнения связи. Способ стандартов-бинаров. Вариант способа калибровки с использованием параметра K_j .
5. Способ теоретических поправок. Способ фундаментальных параметров.

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

1. Характеристика рентгеновского излучения. Возникновение рентгеновского излучения. Тормозное рентгеновское излучение. Характеристическое излучение. Механизм возникновения.
2. Закон Мозли. Схема рентгеновских уровней. Правила отбора. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Ослабление интенсивности рентгеновского излучения.
3. Рассеяние рентгеновского излучения Когерентное и некогерентное рассеяние. Интерференция и дифракция. Уравнение Брэгга-Вульфа.
4. Флуоресценция и Оже-переходы. Выход флуоресценции. Интенсивность линий спектра флуоресценции.
5. Источники рентгеновского излучения. Рентгеновские трубки. Рентгеновская трубка с боковым окном. Рентгеновская трубка с торцевым окном. Радиоактивные изотопы.
6. Рентгенофлуоресцентные спектрометры. Спектрометры с волновой дисперсией. Принцип работы. Приемники излучения. Конфигурация спектрометров с волновой дисперсией.

Спектрометры с энергетической дисперсией. Принцип работы. Приемники излучения.

Конфигурация приборов с энергетической дисперсией. Рентгенофлуоресцентные спектрометры

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

1. Взаимные влияния элементов. Характеристика взаимных влияний элементов. Способы рентгенофлуоресцентного анализа. Прямой способ внешнего стандарта. Способ стандарта фона. Способ внутреннего стандарта.
2. Физические процессы, лежащие в основе взаимного влияния элементов на определение друг друга. Матричные эффекты. Виды градуировочных графиков. Способы устранения матричных эффектов.

Критерии оценивания (оценочное средство - Контрольные вопросы)

Оценка	Критерии оценивания
превосходно	Даны исчерпывающие и обоснованные ответы на все поставленные вопросы, при ответах выделялось главное, развернутый ответ без ошибок; логически выстроенное содержание ответа; мысли излагались в логической последовательности; показано умение самостоятельно анализировать факты, события, явления, процессы в их взаимосвязи и диалектическом развитии; полное знание терминологии по данной теме; четкое выделение причинно-следственных связей между основными категориями; умение ответить на вопрос без использования индивидуального письменного конспекта; использование презентационных материалов
отлично	Даны исчерпывающие и обоснованные ответы на все поставленные вопросы, при ответах выделялось главное, развернутый ответ без принципиальных ошибок; логически выстроенное содержание ответа; мысли излагались в логической последовательности; показано умение самостоятельно анализировать факты, события, явления, процессы в их взаимосвязи и диалектическом развитии; полное знание терминологии по данной теме; четкое выделение причинно-следственных связей между основными категориями; умение ответить на вопрос без использования индивидуального письменного конспекта; использование презентационных материалов, возможны некоторые незначительные недочеты в ответе
очень хорошо	Даны полные, достаточно обоснованные ответы на поставленные вопросы, правильно решены практические задания; при ответах не всегда выделялось главное, отдельные положения недостаточно увязывались с требованиями программы, ответы в основном были краткими, но не всегда четкими; практически полное знание терминологии данной темы; использование презентационных материалов
хорошо	Даны полные, достаточно обоснованные ответы на поставленные вопросы, правильно решены практические задания; при ответах не всегда выделялось главное, отдельные положения недостаточно увязывались с требованиями программы, ответы в основном были краткими, но не всегда четкими; практически полное знание терминологии данной темы; использование презентационных материалов, возможны некоторые незначительные недочеты в ответе
удовлетворительно	Даны в основном правильные ответы на все поставленные вопросы, но без должной глубины и обоснования, при решении практических задач студент использовал прежний опыт и не применял новые знания, однако, на уточняющие вопросы даны правильные ответы; при ответах не выделялось главное; ответы были многословными, нечеткими и без должной логической последовательности; на отдельные дополнительные вопросы не даны положительные ответы
неудовлетворительно	Неполный ответ на вопрос; неполное знание терминологии; наличие некоторых существенных ошибок в изложении основных фактов, теорий; неумение провести логические параллели, выводы; неумение выделить

Оценка	Критерии оценивания
	причины и следствия важнейших категорий; неспособность ответить без помощи письменного конспекта; знание основной литературы, рекомендованной к семинару.
плохо	Студент затрудняется при выполнении практических задач, работа проводится с опорой на преподавателя или других студентов; отсутствие прямого ответа на поставленный вопрос либо ответ, содержащий бессистемную, минимальную информацию; отсутствие логических связей в ответе; отсутствие знания терминологии по теме вопроса.

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

Основная 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. Отто М. Современные методы аналитической химии : в 2 т. Т. 1 / пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. - М. : Техносфера, 2003. - 416 с. : ил. - (Мир химии). - ISBN 5-94836-014-8. - ISBN 3-527-29840-1 : 270.00., 6 экз.

Дополнительная литература:

1. Лосев Николай Фомич. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. - М. : Химия, 1982. - 207 с. : ил. - (Методы аналитической химии). - 2.10., 3 экз.
2. Мазалов Лев Николаевич. Рентгеновские спектры и химическая связь / АН СССР, Сиб. отд-ние. - Новосибирск : Наука, Сиб. отд-ние, 1982. - 111 с. : ил. - (Научно-популярная серия). - 0.20., 2 экз.

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

1. Черноруков Н.Г., Нипрук О.В. Теория и практика рентгенофлуоресцентного анализа. Электронное учебно-методическое пособие. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. 57 с.
http://www.unn.ru/books/met_files/RFA.pdf
2. Черноруков Н.Г., Нипрук О.В. Основы рентгенофлуоресцентного анализа. Электронное учебно-методическое пособие. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2007. 75 с.
<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, компьютерами, специализированным оборудованием: Рентгенофлуоресцентный спектрометр фирмы Shimadzu IDX-900

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 04.04.01 - Химия.

Автор(ы): Нипрук Оксана Валентиновна, доктор химических наук, профессор.

Рецензент(ы): Зеленцов Сергей Васильевич, доктор химических наук.

Заведующий кафедрой: Князев Александр Владимирович, доктор химических наук.

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