

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ОПК-1. Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

– ОПК-2. Способен проводить химический эксперимент с использованием современного оборудования, соблюдая нормы техники безопасности.

– ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИОПК-1.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов.

ИОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.

ИОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

ИОПК-2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.

ИОПК-2.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач профессиональной деятельности.

ИОПК-2.3. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования.

ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

ИПК-1.2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

2. Задачи освоения дисциплины

– Освоить теоретические основы спектрального анализа, идентификации и количественного определения веществ.

– Научиться осуществлять выбор вариантов спектральных методов анализа для определения элементного состава веществ в реальных объектах.

– Овладеть техникой проведения спектрального анализа, построения калибровочных характеристик, интерпретации спектрограмм для проведения качественного и количественного определения элементного состава анализируемых объектов

3. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, предлагается обучающимся на выбор. Дисциплина входит в модуль Аналитическая химия.

4. Семестр(ы) освоения и форма(ы) промежуточной аттестации по дисциплине

Семестр 8, экзамен.

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются компетенции, сформированные в ходе освоения образовательных программ предшествующего уровня образования.

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: неорганическая химия, аналитическая химия, органическая химия, физическая химия, высокомолекулярные соединения, математический анализ, физика, методы математической статистики в химии.

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 з.е., 180 часа, из которых:

– лекции: 32 ч.;

– лабораторные работы: 48 ч.

в том числе практическая подготовка: 48 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам

Тема 1. Спектроскопические методы анализа, их классификация.

Общая характеристика спектроскопических методов и этапы их развития. Классификация методов. Области применения. Электромагнитное излучение.

Тема 2. Метод атомной эмиссионной спектроскопии (АЭС). Общие положения.

Механизм возникновения спектров. Строение электронных оболочек атомов и их влияние на характер спектра. Зависимость интенсивности спектральных линий атомов и ионов от температуры, концентрации и положения атомов в ПС Д.И. Менделеева. Уравнение Больцмана. Способы оценки температуры плазмы, концентрации электронов, степени ионизации, времени пребывания атомов в зоне разряда и коэффициента использования пара. Влияние ионизации атомов на интенсивность спектральных линий атомов. Основы количественного атомно-эмиссионного спектрального анализа. Метод трех эталонов. Метод постоянного графика. Метод добавок. Типы спектральных приборов. Способы регистрации спектра. Освоение программы «Атом». Идентификация контрольных проб неизвестного состава.

Тема 3. Оптимизация условий проведения атомно-эмиссионного спектрального анализа.

Влияние химических процессов, протекающих в электродах и в зоне разряда, на интенсивность спектральных линий. Основные принципы химико-спектрального анализа. Ряды летучести металлов и их соединений. Влияние скорости парообразования на интенсивность атомных линий в спектре (роль химических процессов, протекающих в электрических разрядах и электродах). Направленные химические реакции, используемые для увеличения скорости, испарения компонентов пробы. Термодинамическое моделирование (ТДМ) высокотемпературных процессов, протекающих в электродах и электрических разрядах. Программы ТДМ «Астра», «Терра». Особенности разделения и концентрирования, при подготовке концентрата-коллектора к спектральному анализу. Особенности анализа веществ особой чистоты и объектов сложного состава. Приготовление стандартных образцов - съемка спектров. Построение гистограмм для выбора времени экспозиции и оптимизации условий проведения спектрального анализа. Построение калибровочных графиков с помощью программа «Атом с использованием стандартных образцов состава графитового коллектора микропримесей (комплект СОГ-37) ГСО 8487-2003.

Тема 4. Дуговая атомно-эмиссионная спектроскопия с многоканальным анализатором эмиссионных спектров.

Источники возбуждения спектров «Везувий» и «Шаровая молния», используемые в спектральном комплексе «Гранд» с МАЭС. Принцип работы фотодиодной линейки на кремниевых кристаллах. Полихроматор «Роуланд». Программный комплекс «Атом». Проведение качественного спектрального анализа. Построение градуировочных графиков. Проведение количественного спектрального анализа. Оптимизация условий проведения спектрального анализа с помощью программного комплекса «Атом». Пробоподготовка контрольных образцов для проведения спектрального анализа включающая процедуры: озоления, разбавления и гомогенизацию проб с последующим введением стабилизирующего носителя. Заточка и набивка электродов. Выбор условий анализа и подготовка к съемке спектров. Съёмка спектров контрольных образцов. Статистическая обработка результатов. Обработка полученных данных контрольных образцов с помощью программы «Атом». Обобщение результатов построение корреляционных зависимостей по полученным массивам данных для всей группы.

Тема 5. Эмиссионная фотометрия пламени. Атомно-абсорбционный метод анализа.

Основные теоретические положения, источники возбуждения и приборы для метода пламенной фотометрии. Интенсивность спектральных линий и влияние на интенсивность температуры пламени, степени ионизации атомов, диссоциации молекул. Процессы, протекающие в плазменной зоне. Методы количественного анализа. Теоретические основы атомно-абсорбционного метода. Условия образования поглощающего слоя, поглощение световой энергии атомами, формирование аналитического сигнала. Связь оптической плотности с концентрацией элемента в пламени. Помехи, влияние состава раствора на результаты измерения. Основные узлы атомно-абсорбционной установки. Приготовление стандартных растворов. Прямой анализ контрольных образцов водных объектов методом фотометрии пламени на содержание натрия и калия и методом атомно абсорбционной спектроскопии на содержание меди и цинка. Статистическая обработка результатов анализа.

Тема 6. Методы масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Оптико-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС). Теоретические основы методов.

Индуктивно-связанная плазма. Микроволновая плазма. Процессы ионизации и принципиальные схемы приборов. Применение масс-спектрометрии и оптико-эмиссионной спектроскопии для проведения мультиэлементного анализа.

Тема 7. Молекулярная абсорбционная спектроскопия в видимой и УФ областях.

Общая характеристика метода, его возможности. Основные законы поглощения электромагнитного излучения. Причины отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера. Физико-химические условия образования фотометрируемых форм. Влияние различных факторов. Типы соединений, применяемых в спектрофотометрии. Аппаратура и техника измерения величин, характеризующих светопоглощение. Методы количественного анализа. Применение метода в анализе природных и промышленных объектов. Выбор оптимальных условий определения. Особенности фотометрического определения органических соединений. Применение метода для изучения равновесий в растворах: определение состава и прочности комплексных соединений, заряда комплексного иона, константы диссоциации органического реагента. Определение содержания Fe(III) в питьевой и сточной воде; Сравнение чувствительности определения содержания Fe(III) в питьевой и сточной воде с различными реагентами; Определение подвижных соединений фосфора в почвах; Определение константы диссоциации органического реагента. Метод спектрофотометрического титрования и его использование. Использование СФМ при анализе многокомпонентных систем; Дифференциальный СФМ. Экстракционно-спектрофотометрический метод и его использование; Определение фосфора, кремния и мышьяка в виде гетерополисоединений методом СФМ. Метод твердофазной

спектрофотометрии. Определение органических загрязнителей в водных средах методом СФМ.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, выполнения теоретических и расчётных домашних заданий, сдачи отчетов по лабораторным работам и фиксируется в форме контрольной точки в семестре.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Экзамен проводится в устной форме обсуждения заданий экзаменационного билета. Экзаменационный билет включает четыре задания. Структура экзаменационного билета соответствует компетентностной структуре дисциплины. Время подготовки 1,5 часа.

Два задания теоретического характера носят проблемный характер и предполагают синтетические ответы в развёрнутой форме, проверяющие ИОПК-1.1 и ИОПК-1.2.

Третье задание направлено на оценку сформированности ИПК-1.3. и предполагает знание методов спектрального анализа и умение обоснованного выбора необходимого варианта для решения поставленной практической задачи.

Четвертое задание – практическая задание по выбору спектральных методов для решения поставленных задач по спектральному анализу реальных объектов. Выполнение данного задания предполагает проверку компетенции ИОПК-1.3. Приводится анализ решения поставленных задач и краткая интерпретация полученных результатов.

Примерный перечень теоретических вопросов:

1. Основные закономерности атомно-абсорбционной спектроскопии.
2. Опишите возможные химические процессы, протекающие в кратере графитового электрода и плазме дугового разряда при формировании аналитического сигнала.
3. Механизм возбуждения атомов и возникновения спектров. Зависимость характера спектра от строения атома и положения его в периодической таблице.
4. Основной закон светопоглощения. От чего зависит величина молярного коэффициента светопоглощения? Что он характеризует? Указать причины отклонения растворов от основного закона светопоглощения.
5. Способы измерений и расчетов параметров плазмы электрических разрядов (температуры, электронной концентрации и времени пребывания атомов в зоне разряда).

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». Оценка за выполнение заданий имеет удельный вес в зависимости от его сложности и трудоёмкости и выражается в баллах. Максимальное количество баллов за 4 задания – 40.

Ниже приводится шкала перевода суммы баллов за текущий контроль и экзамен в оценки:

Количество баллов	Уровень сформированности компетенций	Оценка
36–40 баллов	Компетенции сформированы полностью	отлично
30 – 35 баллов	Компетенции сформированы частично	хорошо
24 – 29 баллов	Компетенции сформированы фрагментарно	удовлетворит.
Менее 24 баллов	Компетенции не сформированы, рекомендуется повторное освоение дисциплины	неудовлетворит.

11. Учебно-методическое обеспечение

- а) Отмахов В. И., Петрова Е. В., Киселева М. А. Спектроскопические методы анализа. Учебное пособие. Томск : РИО ТГУ. 2010. – 149 с.
- б) Отмахов В. И., Петрова Е. В., Отмахова З. И. Пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы анализа: Учебно-методическое пособие. – Томск : Изд-во ТГУ. 1998. – 63 с.
- в) Отмахов В. И., Петрова Е. В. Метод дуговой атомной спектрометрии с многоканальным анализатором эмиссионных спектров (Учебно-методическое пособие). Томск : РИО ТГУ. 2014. – 75 с.

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

а) основная литература:

- В. И. Васильева Спектральные методы анализа: практическое руководство / В. И. Васильева, О. Ф. Стоянова, И. В. Шкутина, С. И. Карпов. – СПб. –Лань, 2021. – 416 с.
- В. И. Струнин Атомная спектроскопия / В. И. Струнин, Н. Н. Струнина, Б. Т. Байсова. – Омск : РИО ОГУ 2013. – 104 с.
- З. Марченко Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе. – М. : Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 711 с.

б) дополнительная литература:

- Пупышев А. А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. – М. : Техносфера, 2009. – 782 с.
- Другов Ю. С. Экспресс-анализ экологических проб / Ю. С. Другов, А. Г. Муравьев, А. А. Родин. – М. : БИНОМ. 2010. – 424 с.
- Жуков А. Ф. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа (электронный ресурс). – М. : МГУ, 2017. – 250 с.
<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000385853/000385853.djvu>
- Другов Ю. С. Анализ загрязненной почвы и опасных отходов : практическое руководство / Другов Ю. С., Родин А. А. – М.: Лаборатория знаний, 2020. – 472 с. URL: <https://e.lanbook.com/book/135483>. URL: <https://e.lanbook.com/img/cover/book/135483.jpg>

в) ресурсы сети Интернет:

- https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRF.html
- <http://sun.tsu.ru/limit/2016/000385853/000385853.djvu> онлайн-учебно-методические материалы по курсу «Физические методы исследования»;
- <http://edu.tsu.ru/eor/resource/557/tpl/index.html> – онлайн-учебно-методические материалы по курсу «Физические методы исследования»;
- <http://edu.tsu.ru/eor/resource/557/tpl/index.html> Физико-химические методы анализа. Учебно-методический комплекс (УМК).
- http://www.vmk.ru/product/programmnoe_obespechenie/atom.html Программное обеспечение атомно-эмиссионного спектрального анализа. Программа «Атом»

13. Перечень информационных технологий

- а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

- Microsoft Office Standart 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office On-eNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);
- публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

- Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ – <http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system>
- Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ – <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>
- ЭБС Лань – <http://e.lanbook.com/>
- ЭБС Консультант студента – <http://www.studentlibrary.ru/>
- Образовательная платформа Юрайт – <https://urait.ru/>
- ЭБС ZNANIUM.com – <https://znanium.com/>
- ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

14. Материально-техническое обеспечение

Обучение по дисциплине «Спектроскопические методы анализа» осуществляется на базе:

- лекционная аудитория, оснащенная мультимедийным оборудованием для демонстрации презентаций, слайдов и компьютерной анимации (аудитория № 311 6-го учебного корпуса ТГУ). В аудитории имеется интерактивная доска;
- лабораторная аудитория (№ 213, 6-го учебного корпуса ТГУ)
- спектральная лаборатория (№ 319, 6-го учебного корпуса ТГУ)
- лаборатория НИЛ МОС ТГУ (№ 419, 6-го учебного корпуса ТГУ)

Все лаборатории оснащены вытяжными шкафами, стеклянной и фарфоровой лабораторной посудой, измерительным инструментом (весы, термометры, рН-метры, УФ-спектрофотометр и т.д.). Кроме того, в лабораториях имеется нагревательное оборудование (электроплитки и термостатирующие шкафы), и другое оборудование.

Учебный процесс по дисциплине «Спектроскопические методы анализа» поддерживается самым современным оборудованием:

- атомно-эмиссионный спектрометр "Гранд" с многоканальным анализатором эмиссионных спектров в комплексе с полихроматором «Роуанда» и генератором «Везувий», Россия, НПО «Оптоэлектроника»
- дифракционный атомно-эмиссионный спектрометр ДФС-452, совмещенный с МАЭС;
- спектрофотометры «Evolution 600» USA, «Specol»; СФ-56
- атомно-абсорбционный спектрометр SOLAAR S2 Thermo Electron Corporation;
- аналитические весы АДВ-200.

15. Информация о разработчиках

Отмахов Владимир Ильич, д-р. техн. наук, профессор, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, профессор;

Наумова Людмила Борисовна, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент