

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и
аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук
(ГЕОХИ РАН)

ПРИНЯТО

Ученым советом ГЕОХИ РАН

Протокол № 8 от 22 октября 2014 г.

УТВЕРЖДАЮ
Зам. директора ГЕОХИ РАН
д.х.н. Колотов В.П.
22 октября 2014 г.



РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
«Спектральные методы анализа»

Направления подготовки: 04.06.01 - Химические науки

(указывается код и наименование направления подготовки)

Направленности (профили) подготовки: 02.00.02 «Аналитическая химия»

(наименование направленности подготовки)

Квалификация: Исследователь. Преподаватель-исследователь

Форма обучения: Очная

Вид итогового контроля: Зачет

(Зачет/Дифференцированный зачет/Экзамен)

Москва 2016

1. Цели и задачи освоения дисциплины

Цель - сформировать представление об основах, практических возможностях и ограничениях современных физических методов исследования вещества.

Задачи дисциплины:

- ознакомить аспирантов с аппаратным оснащением и условиями проведения эксперимента по изучению состава и свойств вещества;
- научить интерпретировать и грамотно оценивать полученные экспериментальные данные;
- научить выбирать оптимальные методы для решения поставленных задач и делать заключения на основании анализа и сопоставления всей совокупности имеющихся данных.

2. Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Спектральные методы анализа» входит в вариативную часть ООП и относится к дисциплинам по выбору обучающихся, которые направлены на подготовку к сдаче кандидатского экзамена по специальности.

Требования к предварительной подготовке обучающегося:

Знать: место современных спектральных методов анализа в практике химического анализа, их значение.

Уметь: обсуждать результаты проведенного исследования; ориентироваться в современной литературе по теории методов и их применению в различных областях науки и производства.

Владеть: основными химическими теориями, концепциями, законами, описывающими физико-химические явления, на основе которых строятся современные спектральные методы.

3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины

Код компетенции	Содержание компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине
УК-1	способность к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных	Знать: методы критического анализа и оценки современных научных достижений, а также методы генерирования новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях. Уметь: анализировать альтернативные

	областях	варианты решения исследовательских и практических задач. Владеть: навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях.
ОПК-1	способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий	Знать: современные способы использования информационно-коммуникационных технологий в выбранной сфере деятельности Уметь: выбирать и применять в профессиональной деятельности экспериментальные и расчетно-теоретические методы исследования.
ОПК-2	готовность организовать работу исследовательского коллектива в области химии и смежных наук	Знать: основные принципы организации работы в коллективе и способы разрешения конфликтных ситуаций/ Уметь: планировать научную работу, формировать состав рабочей группы и оптимизировать распределение обязанностей между членами исследовательского коллектива.
ПК-1	способность и готовность к самостоятельному проведению научно-исследовательской работы и получению научных результатов в области аналитической химии	Знать: современное состояние науки в области аналитической химии. Владеть: методами планирования, подготовки, проведения научно-исследовательской работы по направленности (02.00.02 Аналитическая химия).

4. Структура и содержание дисциплины

Приведенная ниже таблица отражает распределение учебного времени, отводимого на освоение основных разделов курса. Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетных единицы (108 часов).

Наименование дисциплины	Объем учебной работы (в часах)						Вид итогового контроля	
	Всего	Всего аудит.	Из аудиторных					Сам. Работа
			Лекц.	Лаб.	Прак.	КСР.		

Спектральные методы анализа	108	18	18	-	-	-	90-	Зачет
-----------------------------	-----	----	----	---	---	---	-----	-------

Содержание разделов дисциплины:

Содержание раздела (темы)	Количество часов	
	Лекции	Самостоятельная работа
<p>1. Введение. Классификация спектроскопических методов. Спектры испускания, поглощения и рассеяния. Области электромагнитных волн. Интенсивность спектральных линий эмиссии и абсорбции. Характеристики спектральных линий. Причины уширения спектральных линий. Структура атомных и молекулярных спектров. Спектральные приборы и их основные узлы. Блок схемы эмиссионного и абсорбционного спектральных приборов, а также люминесцентного прибора. Анализаторы электромагнитного излучения (светофильтры, диспергирующего типа, модуляционного типа) Характеристики анализаторов (спектральный диапазон, угловая и линейная дисперсия, разрешающая способность). Основные понятия о Фурье спектрометрах. Приемники излучения с внешним фотоэффектом, с внутренним фотоэффектом, с термоэффектом. Диодные линейки. Основные характеристики приемников излучения.</p>	4	8
<p>2. Классификация основных методов атомной спектроскопии. Атомно-эмиссионная спектроскопия (АЭС). Процессы, лежащие в основе методов спектроскопии. Доля возбужденных атомов и ее зависимость от температуры. Типы атомизаторов используемых для анализа вещества. Процессы, происходящие с веществом при попадании его в атомизатор. Индуктивно связанная плазма (ИСП). Уравнение Ломакина-Шайбе. Спектральные и физико-химические помехи при анализе вещества. Самопоглощение. Влияние температуры на интенсивность спектральных линий. Аналитические возможности метода.</p>	2	4

<p>3. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС). Сравнение методов АЭС и ААС. Основы метода. Атомизаторы, их отличие от применяемых в АЭС. Электротермический атомизатор. Источники излучения (лампы с полым катодом, безэлектродные разрядные лампы, перестраиваемые лазерные диоды). Спектральные помехи. Физико-химические помехи. Способы коррекции фона (дейтеривая коррекция, Зеймановская коррекция). Аналитические возможности метода.</p> <p>Молекулярная спектроскопия. Основы методов. Спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой (УФ) областях. Классификация методов. Абсорбционная спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой (УФ) областях. Законы светопоглощения. Фотометрические реакции. Выбор оптимального оптического диапазона оптических плотностей. Анализ многокомпонентных систем.</p>	2	8
<p>4. Методы колебательной спектроскопии. Вклад колебательной спектроскопии в анализ молекулярных систем. Колебание молекул (формирование колебательного спектра). Нормальные колебания молекул. Понятие характеристических частот (полос). Связь между характеристическими частотами и функциональными группами в органических соединениях. Идентификация и структурно - групповой анализ. ИК-спектроскопия. Спектроскопия комбинационного рассеяния или Рамановская спектроскопия.</p>	2	4
<p>6. Люминесценция. Классификация методов люминесценции по способам возбуждения. Фотолюминесценция (флуоресценция и фосфоресценция). Фотофизические процессы в молекуле. Диаграмма Яблонского. Основные характеристики люминесценции (спектры поглощения и спектры возбуждения, времена жизни возбужденных состояний, квантовый и энергетический выход люминесценции). Закономерности люминесценции (закон Стокса - Ломмеля, правило Левшина, закон Вавилова). Тушение люминесценции. Практическое использование количественного люминесцентного анализа. Преимущество люминесценции. Хемилюминесценция.</p> <p>Фотоакустическая спектроскопия (ФАС). Термолинзовая спектроскопия. Основы методов, их аппаратная реализация. Основные аналитические характеристики и преимущество методов. Электроиндуцированная термолинзовая спектроскопия.</p>	2	8
<p>7. Масс-спектрометрические методы. Методы ионизации: электронный удар, фотоионизация, электростатическое неоднородное поле, химическая ионизация. Комбинированные методы. Потенциалы появления ионов. Типы ионов в масс- спектрометрах. ИСП в качестве источника ионов. Фокусирующее действие</p>	4	8

<p>однородного поперечного магнитного поля. Электростатическая фокусировка. Ионный источник. Система напуска. Молекулярное течение газа. Времяпролетный масс-спектрометр. Квадрупольный масс-спектрометр. Разрешающая сила масс-спектрометра. Процессы фрагментации при образовании ионов органических соединений. Хромато- масс- спектрометрия. ИСП-МС.</p>		
<p>8. Основы локальных методов анализа вещества. Аналитические зонды для диагностики поверхности твердых тел. Различные системы регистрации аналитического сигнала после воздействия на поверхность зонда. Термические методы анализа. термических методов. Классификация методов термического анализа. Термогравиметрия (ТГ). Дифференциальная термограмма (ДТГ). Термический анализ и дифференциальный термический анализ (ДТА). Сравнение ТГ, ДТГ, ДТА. Схема дериватографа. Понятие об методах термического титрования, энтальпиметрии, дилатометрии, каторометрии.</p>	2	6

5. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы аспирантов

Самостоятельная работа подкрепляется учебно-методическим и информационным обеспечением, включающим учебники, учебно-методические пособия, конспекты лекций. Основные виды самостоятельной работы: в читальном зале библиотеки, в домашних условиях с доступом к ресурсам Интернет.

Основной контроль знаний осуществляется в процессе участия в практических занятиях (обсуждения, ответов на вопросы).

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

6.1. Основная литература:

1. Основы аналитической химии Кн 2. Методы химического анализа / Под ред Ю.А. Золотова, М.: Выс. шк., 2004.
2. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2-х т. М.: Техносфера, 2003. 416 с.

6.2. Дополнительная литература:

1. Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии: Учебник для вузов (гриф). - М.: Мир, 2006. - 683 с.
2. Кремерс Д.А. Лазерно-искровая эмиссионная спектроскопия / Кремерс Д. А., Радziemски Л.Д. М.: Техносфера, 2009.

3. Бёккер Юрген Спектроскопия / Пер. с нем. Л.Н. Казанцевой. Под ред. А.А. Пупышева, М.В. Поляковой. М.: Техносфера, 2009. - 528 с.
4. Шмидт В. Оптическая спектроскопия для химиков и биологов. Москва: Техносфера, 2007. - 368 с.

7. Образовательные технологии

Кроме очных лекций проводятся практические занятия на базе аналитических лабораторий ГЕОХИ, используется самостоятельная работа. При осуществлении образовательного процесса по дисциплине используются следующие информационно-телекоммуникационные технологии: персональный компьютер (или ноутбук) с необходимым программным обеспечением для работы устройства, а также для демонстрации презентаций MS PowerPoint.

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

8.1. В специализированных лабораториях ГЕОХИ имеются в наличии:

- Квадрупольный масс-спектрометр XSeries II Thermo Scientific (Лаборатория методов исследования и анализа веществ и материалов);
- Спектрометр с индуктивно-связанной плазмой ICAP-6500Duo Thermo Scientific (Лаборатория методов исследования и анализа веществ и материалов);
- Атомно-абсорбционный спектрометр 3030 Z Perkin Elmer (Лаборатория методов исследования и анализа веществ и материалов);
- Атомно-абсорбционный спектрометр SOLAAR MQZ Thermo Electron (Лаборатория геохимии и аналитической химии благородных металлов);
- Хромато-масспектрометр Exactive Thermo Scientific (Лаборатория инструментальных методов и органических реагентов);
- Лазерная установка J200 Femtosecond Applied Spectra (Лаборатория изотопной геохимии и геохронологии);
- Спектрофлуориметр - Jobin Ivon 3CS (Лаборатория химических сенсоров и определения газообразующих примесей);
- Спектрофотометр Спикорд М-40 (Лаборатория химических сенсоров и определения газообразующих примесей);
- Приборы: бидистиллятор, весы технические, весы аналитические, микроскоп.
- Лабораторная посуда.
- Химические реактивы.

8.2. Лекционная аудитория, оборудованная проекционным оборудованием и доступом в сеть «Интернет».

9. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины

9.1. Форма контроля знаний:

9.1.1. Текущий контроль знаний в течение всего курса осуществляется с помощью контрольных вопросов.

9.1.2. Промежуточная аттестация по итогам освоения дисциплины (в конце курса обучения) проводится в виде зачета. Зачет по дисциплине проходит в виде собеседования по реферату, подготовленному аспирантом по предложенной преподавателем теме заранее.

9.2. Оценочные средства (в виде устных вопросов, тем реферата).

9.2.1. Перечень примерных вопросов для текущего контроля знаний

1. Что такое электромагнитный спектр? Приведите примеры электромагнитного спектра испускания и поглощения. Чем характеризуется спектральная линия?
2. Принципиальная оптическая схема прибора с пространственным разделением длин волн.
3. Блок схема эмиссионного прибора. Важнейшие характеристики основных узлов прибора. Какие величины измеряются?
4. Блок схема абсорбционного прибора. Двухлучевой и однолучевой приборы. Какие величины измеряются?
5. Блок схема люминесцентного прибора. В чем его отличие от абсорбционного прибора?
6. Почему любая спектральная линия имеет конечную ширину? Укажите, по крайней мере, три причины, обуславливающие уширение спектральных линий.
7. Укажите основные характеристики спектральной линии. В каком диапазоне длин волн применяются методы атомно-эмиссионного анализа вещества?
8. Укажите специфические особенности лампы с полым катодом, как источника излучения. В каких методах анализа используется лампы с полым катодом?
9. В каких методах анализа используют пламя? Для определения каких элементов и почему?
10. Какие устройства могут служить приемниками излучения (детекторами)?

11. Приведите эмпирическую зависимость относительной интенсивности от концентрации определяемого элемента (формула Ломакина — Шайбе). Каков физический смысл параметров, входящих в указанную зависимость?
12. Сформулируйте специфические особенности пламени? Какие процессы происходят при попадании пробы в пламя.
13. Сравните воспроизводимость атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов. Какая фундаментальная причина объясняет разницу этих величин?
14. В чем разница в конструкциях горелок используемых в атомно-эмиссионных и атомно-абсорбционных методах и почему?
15. Представьте схему электротермического атомизатора. Какие условия работы атомизатора? Приведите вид температурной программы работы атомизатора.
16. Что такое явление самопоглощения спектральной линии (схема). В каких методах анализа это явление проявляется?
17. Нарисуйте калибровочный график для атомно-эмиссионного анализа. Объясните отдельные участки представленного Вами графика.
18. Какова температура в зоне горелки с ИСП? Как изменяется температура по высоте над рабочей катушкой?
19. В чем отличие спектрофотометрии от атомно-абсорбционного метода анализа вещества.
20. Нарисуйте блок схему спектрофотометра объясните предназначение отдельных узлов прибора.
21. Где используются методы ИК-спектроскопии. Приведите основные аналитические характеристики.
22. Основной закон светопоглощения, используемой в спектрофотометрии. Молярный коэффициент поглощения (определения), зависит ли он от длины волны используемого излучения?
23. Какой закон используется для определения концентрации в одном растворе нескольких типов светопоглощающих частиц. Объясните, как это делается на практике.
24. Что такое цветная реакция. Зачем нужно проводить цветные реакции? Приведите пример.
25. Нарисуйте график зависимости относительно погрешности оптической плотности от величины оптической плотности (укажите при каких предположениях Вы нарисовали этот график).
26. От чего зависит селективность спектрофотометрических определений?

27. ИК- спектр и КР- спектр дайте определение. Чем они отличаются и что общего в формировании?
28. Какие задачи мы можем решить с помощью методов молекулярной колебательно-спектральной спектроскопии?
29. Как происходит идентификация неизвестного вещества по ИК - спектрам?
30. Блок-схема ИК- фотометра для мониторинга газов (на примере CO).
31. Блок-схема интерферометра Майкельсона.
32. Каков механизм возникновения КР - спектра.
33. Что такое стоксова и антистоксова полоса в спектре КР. Как они возникают.
34. Блок-схема КР - спектрометра с лазерным возбуждением.
35. Почему можно проводить количественный анализ по КР - спектрам.
36. Определение люминесценции. Как можно классифицировать методы люминесценции.
37. Что такое фотолюминесценция. Как она подразделяется. Что такое хемилюминесценция. Приведите пример.
38. Опишите механизмы возбуждения при флуоресценции и фосфоресценции.
39. Расскажите, как происходит безызлучательная дезактивация молекул в фотолюминесценции.
40. Чем отличается излучательная дезактивация молекул флуоресценции и фосфоресценции.
41. Особенности спектров поглощения и флуоресценции молекул.
42. Квантовый выход фотолюминесценции. Почему с помощью фотолюминесценции мы можем проводить количественный анализ вещества.
43. Блок-схема спектрофлуориметра.
44. Определение фотолюминесценции оксида азота хемилюминесцентным методом.
45. На каких физических явлениях базируется метод фотоакустической спектроскопии. Как измеряют сигнал в этом методе?
46. В чем причины схожести фотоакустических и абсорбционных спектров?
47. Изменение какого физического параметра регистрируют в методах термооптической спектроскопии? В чем отличие данных методов от фотоакустической спектроскопии? Что в них общего?
48. Какое свойство лазерного излучения лежит в основе аналитической термооптической спектроскопии? Почему? Какие другие характеристики лазерного излучения также важны в термооптической спектроскопии?

49. Перечислите основные элементы оптической схемы в термооптическом эксперименте. Перечислите основные аналитические методы термооптической спектроскопии.
50. Сформулируйте принцип электроиндуцированной термолинзовой спектроскопии. Как реализуется данный метод исследования вещества?
51. Назовите основные достоинства и недостатки термооптической спектроскопии в химическом анализе и исследовании вещества. Принцип термических методов анализа вещества.
52. Какую информацию можно получить с помощью термогравиметрии?
53. Какие преимущества дает использование производимых при записи кривых ТГ и ДТА?
54. Как влияет скорость изменения температуры на форму термогравиграмм?
55. Как изменяется температура образца относительно эталона при экзотермических и эндотермических процессах? Приведите примеры использования ДТА.
56. Отметьте сходство и различие в методах ДТА и ДТГ.
57. Охарактеризуйте принцип работы дериватографа.
58. Какие приборы используют для измерения температуры?
59. Что такое катарометрия? Где используется этот метод?
60. В каких областях химии целесообразно использование масс-спектрометрического метода?
61. Нарисуйте принципиальную схему масс-спектрометра. Какие существуют способы ионизации атомов и молекул? На каких принципах основано разделение ионов в масс-спектрометре?
62. В чем особенность масс-спектрометрического анализа органических соединений? Что такое фрагментация органических веществ?
63. Каким образом можно определить молекулярную массу и структуру органических соединений масс-спектрометрическим методом? Принцип хромато-масс-спектрометрии.
64. Каковы преимущества хромато-масс-спектрометрии по сравнению с обычным масс-спектрометрическим методом?
65. Зачем необходимы локальные методы анализа твердых веществ?
66. Опишите принцип выполнения локального анализа вещества.
67. Какие первичные энергетические пучки могут быть использованы для локального воздействия на вещество?
68. Как можно зарегистрировать аналитический сигнал от анализируемого вещества?

69. Чем определяется локальность анализа?

70. Сравните известные Вам методы локального анализа вещества.

9.2. 2. Список примерных тем для рефератов

1. Современные подходы для анализа биологических жидкостей включая кровь человека.
2. Анализ пленок нефтепродуктов на поверхности водных экосистем.
3. Фракционный анализ органического вещества в природных водах.
4. Анализ привитых органических соединений «на поверхности» наночастиц.
5. Преимущества и недостатки масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой для анализа геологических объектов.
6. Дистанционные методы анализа объектов окружающей среды.

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта высшего образования по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки (уровень кадров высшей квалификации). Приказ Минобрнауки РФ №869 от 30 июля 2014г. (зарегистрирован в Минюсте России 20 августа 2014г., регистрационный № 33718).

Автор (ы): доктор технических наук, профессор Зуев Борис
Константинович

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

№ листа изменений или наименования элемента приложения	№ протокола Ученого Совета (секции Уч. Совета)	Дата заседания Ученого Совета (секции Уч. Совета)	Всего листов в документе	Подпись зам. директора по научной работе
	Рабочая программа обсуждена и принята на заседании Ученого совета ГЕОХИ РАН, протокол № 8	22 октября 2014 года	13	
--	Обновленный текст программы принят на заседании Ученого совета РАН, Протокол №11(8)	28 декабря 2016 года	13	