

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФГАОУ ВО "Новосибирский национальный  
исследовательский государственный университет"**

**Факультет естественных наук**

**УТВЕРЖДАЮ**



Декан ФЕН НГУ, профессор

\_\_\_\_\_ Резников В.А.

« 29 » \_\_\_\_\_ августа \_\_\_\_\_ 2014 г.

**Спектроскопические методы анализа**

**Модульная программа лекционного курса, экзамена,  
и самостоятельной работы студентов**

Курс 2-й, III семестр

Учебно-методический комплекс

Новосибирск 2014

Учебно-методический комплекс предназначен для студентов 2 курса факультета естественных наук, направление подготовки 020100 «Химия (магистр)». В состав пособия включены: программа курса лекций, набор вопросов для самостоятельной работы студентов с использованием учебной литературы, вопросы билетов, предлагаемых на экзаменах.

Составители:

д.т.н., проф. Сапрыкин А.И., к.х.н., ст. преподаватель Трунова В.А., к.х.н., ст. преподаватель Шелудякова Л.А.

© Новосибирский государственный университет, 2014

## Содержание

Аннотация рабочей программы .....	4
<b>1. Цели освоения дисциплины .....</b>	<b>4</b>
<b>2. Место дисциплины в структуре ООП .....</b>	<b>5</b>
<b>3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины .....</b>	<b>6</b>
<b>4. Структура и содержание дисциплины .....</b>	<b>7</b>
Рабочий план .....	7
Программы курса лекций и практических занятий .....	10
<b>5. Образовательные технологии .....</b>	<b>13</b>
<b>6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной ра- боты студентов. Оценочные средства для текущего кон- троля успеваемости, промежуточной аттестации по ито- гам освоения дисциплины .....</b>	<b>13</b>
Рекомендованная литература .....	13
Примеры экзаменационных билетов .....	14
Примеры обязательных дополнительных вопросов .....	15
<b>7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины .....</b>	<b>15</b>
<b>8. Материально-техническое обеспечение дисципли- ны .....</b>	<b>16</b>

## **Аннотация рабочей программы**

Дисциплина «Спектроскопические методы анализа» относится к вариативной части профессионального (специального) цикла ООП по направлению подготовки «020100 ХИМИЯ» (квалификация (степень) магистр). Данная дисциплина реализуется на Факультете естественных наук Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования "Новосибирский национальный исследовательский государственный университет" (НГУ) кафедрой аналитической химии.

Содержание дисциплины охватывает круг вопросов, связанных с изучением современных методов анализа.

Дисциплина нацелена на формирование у выпускника общекультурных компетенций ОК-5, ОК-6, профессиональных компетенций ПК-1, ПК-3, ПК-5.

Преподавание дисциплины предусматривает следующие формы организации учебного процесса: лекции, практические занятия (практикум), сдача экзамена, самостоятельная работа студента.

Программой дисциплины предусмотрены следующие виды контроля:

Текущий контроль. Прохождение студентами спецкурса «Спектроскопические методы анализа» осуществляется в 3-м (осеннем) семестре 2-го курса. Программой предусмотрен зачет по практикуму и экзамен по теоретическому курсу.

Итоговый контроль. Спецкурс завершается устным экзаменом, по итогам которого студент получает оценку.

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетные единицы: программой дисциплины предусмотрены 16 лекционных часов, 26 час лабораторной практики, 62 часа самостоятельной работы студентов и 4 часа прохождения контрольных точек.

### **1. Цели освоения дисциплины**

Дисциплина «Спектроскопические методы анализа» предназначена для ознакомления студентов с основными физическими принципами современных методов определения химического состава веществ и функциональных материалов; знакомства с современным оборудованием Центра коллективного пользования (ЦКП)

ИНХ СО РАН, ИГМ СО РАН и ИЯФ СО РАН и получения практических навыков работы на современных приборах.

Основная цель - значительно расширить круг конкретных сведений о современных аналитических методах, по сравнению с теми, что входят в общие курсы аналитической химии, преподаваемые на 2, 3 и 4 курсах бакалавриата.

Курс состоит из трех частей. В курсе лекций первой части студенты получают информацию об аналитических возможностях масс-спектрометрических (МС) методов для элементного анализа неорганических веществ и материалов.

В курсе лекций второй части студенты получают информацию об аналитических возможностях рентгенофлуоресцентного метода анализа с использованием синхротронного излучения.

Лекционный курс третьей части посвящен применению ИК-Фурье-спектрометрии для исследования молекулярных форм, органических и элементо-органических соединений.

Лекционные курсы сочетаются с лабораторными занятиями, на которых студенты знакомятся с современным оборудованием, используемым в ЦКП СО РАН для исследования химического и вещественного состава.

## **2. Место дисциплины в структуре ООП**

Дисциплина «Спектроскопические методы анализа» относится к вариативной части профессионального (специального) цикла ООП по направлению подготовки «020100 ХИМИЯ» (квалификация (степень) магистр).

Дисциплина «Спектроскопические методы анализа» опирается на следующие дисциплины ООП по направлению 020100 «ХИМИЯ» (бакалавр):

- физическая химия (строение и свойства атома, периодическая система элементов Менделеева, природа химической связи);
- неорганическая химия (строение молекул, химическая связь);
- аналитическая химия (методы пробоподготовки и количественного химического анализа (КХА), химические равновесия);
- охрана окружающей среды (роль неорганических соединений в органической жизни).

Результаты освоения дисциплины «Спектроскопические методы» используются в следующих дисциплинах по направлению подготовки «020100 ХИМИЯ» (квалификация (степень) магистр):

- Научно-исследовательская практика;
- Итоговая государственная аттестация.

### **3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины «Спектроскопические методы анализа»**

В результате освоения дисциплины обучающийся должен обладать следующими компетенциями:

#### **Общекультурные компетенции:**

- владением современными компьютерными технологиями, применяемыми при обработке результатов научных экспериментов и сборе, обработке, хранении и передаче информации при проведении самостоятельных научных исследований (ОК-5);
- пониманием принципов работы и умением работать на современных научных приборах и оборудовании при проведении научных исследований (ОК-6).

#### **Профессиональные компетенции:**

- наличием представления об актуальных направлениях исследований в современной теоретической и экспериментальной химии (синтез и применение веществ в наноструктурных технологиях, исследования в критических условиях, химия жизненных процессов, химия и экология и другие) (ПК-1);
- владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии (в соответствии с профильной направленностью магистерской диссертации) (ПК-3);
- способностью анализировать полученные результаты, делать необходимые выводы и формулировать предложения (ПК-5);

#### **В результате освоения дисциплины обучающийся должен:**

- иметь представление: об основных принципах современных инструментальных методов количественного химического анализа;
- знать: назначение, принцип действия, устройство и аналитические возможности приборов для количественного химического анализа;
- уметь: выбирать инструментальные методы анализа для решения конкретных практических задач, грамотно интерпретировать результаты, полученные разными методами.

#### 4. Структура и содержание дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины «Спектроскопические методы» составляет 3 зачетные единицы, всего 108 академических часов.

##### Рабочий план (общий)

Наименование раздела	Количество часов			
	Лекции	Практикум	Самост. работа	Контроль
Масс-спектроскопия	8	14	16	
Рентгеновские методы	4	6	10	
Колебательная спектроскопия	4	6	10	
Зачет			6	2
Экзамен			20	2
Итого по курсу:	16	26	62	4

### Рабочий план (по неделям осеннего семестра) части 1

Неделя	Занятие	Темы занятий
1 сентябрь	Лекция 1	Основы МС методов для элементного анализа неорганических веществ. Типы масс-анализаторов: времяпролетные, квадрупольные, секторные. Методы регистрации ионов.
1 сентябрь	Лекция 2	Плазменные источники ионов для анализа растворов. Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой.
2 сентябрь	Лекция 3	МС методы для анализа твердых веществ и функциональных материалов. Основные принципы и приборы.
2 сентябрь	Лекция 4	Анализ технологических, природных и геологических объектов. Пробоподготовка и метрология в МС. Сравнение аналитических характеристик МС методов анализа и области их применения.
3 сентябрь	Практика (7 час)	Занятие в ЦКП ИНХ СО РАН. Знакомство с работой твердотельного лазерного масс-спектрометра «ЭМАЛ-2». Подготовка образцов, обработка спектрограмм. Расчет концентраций элементов.
4 сентябрь	Практика (7 час)	Занятие в ЦКП ИГМ СО РАН. Знакомство с работой масс-спектрометра с индуктивно-связанной плазмой «ELEMENT». Подготовка геологических и природных образцов, съемка и обработка спектров. Расчет концентраций элементов.
3-4 декабрь		Консультация, зачеты (2) и экзамен.



## Рабочий план (по неделям осеннего семестра) части 2

Неделя	Занятие	Темы занятий
1 октябрь	Лекция 1	Источники синхротронного излучения. Разновидности рентгенофлуоресцентного метода элементного анализа: РФА(XRF), TXRF, РФА-СИ (SRXRF).
2 октябрь	Лекция 2	Пробоподготовка образцов для РФА-СИ анализа. Стандартные образцы. Метрологические характеристики метода РФА.
3 октябрь	Практика (3 час)	Занятие в ЦКП ИЯФ СО РАН. Работа на станции элементного анализа РФА-СИ. Получение и обработка рентгенофлуоресцентного спектра на СИ.
4 октябрь	Практика (3 час)	Занятие в ЦКП ИНХ СО РАН. Традиционный метод РФА, знакомство с прибором «МИСТРАЛЬ». Анализ технологических и природных объектов. Пробоподготовка образцов двумя способами. Пробоподготовка и метрология в МС.
3-4 декабрь		Консультация, зачет.

### Рабочий план (по неделям осеннего семестра) части 3

Неделя	Занятие	Темы занятий
1 ноябрь	Лекция 1	Основные принципы метода колебательной спектроскопии для определения вещественного состава соединений. Качественный и количественный анализ по ИК спектрам.
2 ноябрь	Лекция 2	Принцип действия ИК-Фурье спектрометров. Преимущества интерференционной спектроскопии по сравнению с ИК с применением диспергирующих элементов). Техника приготовления образцов для измерений ИК спектров.
3 ноябрь	Практика (3 час)	Занятие в ЦКП ИНХ СО РАН. Пробоподготовка и съемка ИК спектров неорганических соединений (порошки, люминофоры, пленки и др.). Расшифровка спектров. Обработка результатов.
4 ноябрь	Практика (3 час)	Занятие в ЦКП ИНХ СО РАН. Пробоподготовка и съемка ИК спектров металлоорганических и супрамолекулярных соединений. Расшифровка спектров. Обработка результатов.
4 ноябрь		Консультация, зачет.

### Программа курса лекций (часть 1)

1.1. Масс-спектрометрические методы элементного анализа неорганических веществ. Типы масс-анализаторов: времяпролетные, квадрупольные, секторные.

1.2. Плазменные источники ионизации: искровой и лазерный ионные источники, индуктивно-связанная плазма, тлеющий разряд.

1.3. Пробоподготовка, способ введения пробы в источник возбуждения. Образцы сравнения.

1.4. Качественный, количественный и изотопный МС анализ неорганических веществ. Методы градуировки: стандартные образцы, построение градуировочных графиков, метод добавок, метод двух

стандартов.

1.5. Современные масс-спектрометрические системы для элементного и изотопного анализа растворов и твердых образцов. Аналитические характеристики МС методов анализа и области их применения.

### **Программа практических занятий (часть 1)**

1.6. Знакомство с масс-спектрометрами высокого разрешения для элементного и изотопного анализа в ЦКП ИНХ СО РАН.

Энерго-масс-анализатор лазерный «ЭМАЛ-2». Устройство ионного источника. Схема двойной фокусировки Маттауха-Герцога. Фотографическая регистрация ионов, обработка спектрограмм: характеристическая кривая фотоэмульсии, градуировка по внешнему стандарту. Расчет концентраций элементов. Коэффициенты относительной чувствительности (КОЧ).

Подготовка образцов. Расшифровка масс-спектрограмм. Качественный и количественный анализ. Определяемые элементы и пределы их обнаружения. Стандартные образцы для лазерного МС анализа. Определение газообразующих примесей.

1.7. Знакомство с масс-спектрометрическими приборами Центра многоэлементного и изотопного анализа ИГМ СОРАН.

Масс-спектрометр высокого разрешения с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС) «ELEMENT». Устройство ионного источника и интерфейса. Схема двойной фокусировки Нира-Джонсона. Двойная электрометрическая регистрация ионов, динамический диапазон.

Качественный и количественный ИСП-МС анализ растворов. Расчет концентраций элементов. Стандартные образцы. Коэффициенты относительной чувствительности.

Требования к растворам проб для ИСП-МС. Матричные влияния и спектральные интерференции. Определение элементного состава растворов геологических проб и оценка метрологических характеристик методики анализа.

### **Программа курса лекций (часть 2)**

2.1. Приборы для рентгеноспектрального анализа. Источники первичного излучения. Оптическая схема. Детекторы рентгеновского излучения.

2.2. Виды рентгеновской спектрометрии: РФА(XRF), TXRF, РФА-СИ (SRXRF).

2.3. Пробоподготовка в рентгеноспектральных методах. Получение и обработка рентгенофлуоресцентного спектра. Стандартные образцы.

2.4. Сравнение аналитических характеристик методов РФА и РФА-СИ и область их применения.

### **Программа практических занятий (часть 2)**

Знакомство с комплексом ВЭПП-3 в ИЯФ СО РАН. Схемы станций, работающих на пучках синхротронного излучения.

Станция РФА СИ ЦКП ИЯФ СО РАН. Схема станции, принцип работы. Камера для образцов. Спектрометрический тракт. Программа набора спектра образца.

Разновидности пробоподготовки образцов. Реактивы, применяемые при пробоподготовке. Пресс-формы и прессование проб.

Чистая комната. Пробоподготовка для фрагментов ткани животных и человека.

Экспозиция образцов на станции РФА-СИ. Выбор энергии возбуждения. Калибровка энергии возбуждения. Предварительный просмотр спектра. Выбор экспозиции. Обработка спектров флуоресценции.

Анализ неорганических материалов методом РФА на приборе «МИСТРАЛЬ». Пробоподготовка. Обработка спектров РФА по программе фундаментальных параметров.

### **Программа курса лекций (часть 3)**

3.1. ИК-спектрометрия как метод вещественного анализа. Природа колебательных спектров. Нормальные колебания молекул. Симметрия нормальных колебаний. Законы поглощения.

3.2. Области применения ИК-спектроскопии. Методика подготовки образцов. Качественный и количественный анализ по ИК-спектрам. Источники погрешностей в количественном анализе. Групповые частоты: их использование и ограничения. Интерпретация спектров. Идентификация неизвестных соединений.

3.3. Принцип действия ИК Фурье-спектрометров. Характеристичность частот в колебательных спектрах.

### **Программа практических занятий (часть 3)**

Знакомство с работой приборов ЦКП ИНХ СО РАН: ИК фурье-спектрометры Scimitar FTS 2000 и Vertex 80, ИК-микроскоп Nupregion.

Пробоподготовка. Весы. Пресс DP-36 для прессования таблеток с наполнителем (KBr), пресс-форма. Реактивы, применяемые при пробоподготовке: бромид калия, вазелиновое и фторированное масло, полиэтилен, растворители, агатовые ступки.

Выбор режима регистрации спектров. Обработка спектров: калибровка по волновым числам, сглаживание, вычитание фона и др.

Расшифровка ИК-спектров. Выполнение качественного и количественного анализа реальных образцов по ИК-спектрам.

### **5. Образовательные технологии**

Виды/формы образовательных технологий. Основной формой обучения являются лекции, а также беседы преподавателя со студентами. На лекциях студент может получить ответы на все интересующие его вопросы по предмету. Кроме того, перед экзаменом предусмотрены консультации.

Практикум по спектрометрическим методам анализа выполняется в лабораториях ЦКП институтов СО РАН (ИНХ, ИГМ, ИЯФ). Представленные в практикумах работы выполняются на современном аналитическом оборудовании.

Преподаватели, участвующие в проведении курса, регулярно готовят и издают учебно-методические пособия. Данные пособия размещаются в электронном виде на сайте Факультета естественных наук.

**6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины.**

### **Рекомендованная литература**

1. Аналитическая химия. Новый справочник химика и технолога: в 3 т. СПб.: АНО НПО «Мир и Семья»; АНО НПО «Профессионал», 2004. Т. 3. С. 3–55.

2. Основы аналитической химии: учеб. для вузов: в 2 кн. / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. М.: Высш. шк., 2000. Кн. 2. Методы химического анализа. 494 с.
3. Аналитическая химия: в 3 т. / Под. ред. Л. Н. Москвина. М.: Академия, 2008. Т. 1. Методы идентификации и определения веществ. 576 с.
4. Отто М. Современные методы аналитической химии. М.: Техносфера, 2008. 544 с.
5. Дробышев А.И. Основы атомного спектрального анализа. Изд-во С-Петербургского университета. 2000.
6. Михайлин В.В., Тернов И.М. Синхротронное излучение. М.: Знание, 1988.
7. Вольдсет Р. Прикладная спектрометрия рентгеновского излучения, Москва: Атоиздат, 1977.
8. Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа, Москва: издательство «Химия», 1982.
9. Смит А. Прикладная ИК-спектроскопия. М.: Мир, 1982.
10. Накамото К. ИК спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. М.: Мир, 1991.
11. Григорьев А.И. Введение в колебательную спектроскопию неорганических соединений. Издательство Московского университета, 1977.
12. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. М.: Высшая школа, 1987.

### **Примеры экзаменационных билетов**

#### **Билет 1.**

1. Источники ионов для МС анализа твердых образцов их возможности и ограничения.
2. Что такое синхротронное излучение? Различие между традиционным РФА анализом и РФА-СИ анализом.
3. Характеристичность частот колебательных спектров.

#### **Билет 2.**

1. Выбрать метод МС анализа и обосновать свой выбор:
  - а) сталей и сплавов;
  - б) полупроводниковых материалов (кремния и германия).
2. Как влияет толщина образца на получение спектра рентгеновской флуоресценции?

3. Законы поглощения. Количественный и качественный анализ по ИК-спектрам.

Билет 3.

1. Основные преимущества и недостатки метода ИСП-МС.

2. Какие матричные эффекты характерны для РФА и РФА-СИ методов?

3. Природа колебательных спектров. Нормальные колебания и их свойства.

Билет 4.

1. Предложить и обосновать выбор метода для количественного определения:

а) следовых количеств элементов ( $<10^{-6}$  % мас.) в высококислых веществах;

б) галогенов.

2. Как влияет толщина образца на интенсивность флуоресценции?

3. Принцип действия и схема ИК-спектрометра.

**Примеры обязательных дополнительных вопросов.**

Обработка результатов и метрология химического анализа:

1. Что такое случайные и систематические погрешности? Как они связаны с воспроизводимостью и правильностью анализа? Что входит в погрешность количественного химического анализа веществ и материалов, природных и геологических объектов?

2. Пример задачи:

При определении меди в двух образцах стали по АЭС методике (методика обеспечивает сходимость результатов  $s_r = A$ ) были получены результаты:  $C_1 = B$  % мас.;  $C_2 = C$  % мас. Можно ли утверждать, что эти образцы разные (т.е. значимо ли различие полученных результатов)?

**7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины**

1. Трунова В.А. Рентгенофлуоресцентный анализ с использованием синхротронного излучения, Новосибирск: ИНХ СО РАН, 1997.

2. Сапрыкин А.И. Методы рентгеноспектрального анализа. Учебное пособие. Новосибирск, РИЦ НГУ, 2011, 82 с.

## 8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Масс-спектрометр высокого разрешения с лазерным источником ионов «ЭМАЛ-2» (ЦКП ИНХ СО РАН).

Масс-спектрометр высокого разрешения с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) «ELEMENT» (ЦКП ИГМ СО РАН).

Рентгенофлюоресцентный спектрометр «МИСТРАЛЬ» (ЦКП ИНХ СО РАН).

Экспериментальная станция РФА СИ на ВЭПП-3 (ЦКП ИЯФ СО РАН).

ИК фурье-спектрометры Scimitar FTS 2000, Vertex 80, ИК-микроскоп Nupregion (ЦКП ИНХ СО РАН).

Оборудование (вытяжные шкафы, боксы, микроволновые печи, микродозаторы и др.) и реактивы для пробоподготовки.

Персональные компьютеры с необходимым программным обеспечением.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВПО и с ОС ВПО, принятым в ФГАОУ ВО Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, с учетом рекомендаций ООП ВПО по направлению «020100 ХИМИЯ».


### Авторы:

Сапрыкин Анатолий Ильич, д.т.н., профессор кафедры аналитической химии ФЕН, зав. лабораторией ИНХ СО РАН

Трунова Валентина Александровна, к.х.н., старший преподаватель кафедры аналитической химии ФЕН, с.н.с. ИНХ СО РАН

Шелудякова Лилия Андреевна, к.ф.-м.н., старший преподаватель кафедры аналитической химии ФЕН, с.н.с. ИНХ СО РАН

Программа одобрена на заседании кафедры аналитической химии 28 августа 2014 г.

Секретарь кафедры, ст. преподаватель  Н.Ф. Бейзель