

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет



Физические методы исследования

по направлению подготовки

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:
«Химия»

Форма обучения
Очная

Квалификация
Бакалавр

Год приема
2022

Код дисциплины в учебном плане: Б1.В.09

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

 В.В. Шелковников

Председатель УМК

 В.В. Хасанов

Томск – 2022

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины (модуля)

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ОПК-1. Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений.

– ОПК-2. Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием.

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-2.3. Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе.

ИОПК-2.4. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования.

2. Задачи освоения дисциплины

– Освоить теоретические основы физических методов идентификации, количественного анализа и исследования.

– Научиться осуществлять выбор вариантов физических методов для исследования состава веществ.

– Научиться применять серийное оборудование, овладеть техникой исследования веществ спектроскопическими методами.

– Получить навыки интерпретации спектрограмм, построения градуировочных графиков, обработки аналитических сигналов с помощью автоматизированных программных комплексов для решения конкретных аналитических задач.

3. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, является обязательной для изучения.

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

Семестр 5, зачет.

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам обязательной части Б1.О.14–17 (неорганическая, аналитическая, органическая и физическая химия), а также по дисциплинам Б1.О.08 – физика и Б1.О.12 – строение вещества.

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины (модуля)

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 з.е., 108 часов, из которых:

- лекции: 16 ч.;
- семинарские занятия: 0 ч.
- практические занятия: 0 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. Общая характеристика физических методов анализа и исследования. Спектроскопические методы. Классификация спектроскопических методов, их связь с областями электромагнитного спектра. Основные параметры электромагнитного излучения. Этапы развития и области применения спектроскопических методов.

Тема 2. Метод атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС).

Теоретические основы метода АЭС. Строение электронных оболочек атомов и их влияние на характер спектра. Механизм возникновения спектров. Связь между строением спектра и положением элемента в периодической системе Д.И. Менделеева. Краткие сведения об оптических спектрах атомов, ионов и молекул. Природа молекулярных полос и сплошного спектра. Ширина и форма спектральных линий.

Основы количественного атомно-эмиссионного анализа. Интенсивность атомных спектральных линий. Зависимость интенсивности атомных спектральных линий от температуры, (самопоглощение, самообращение), концентрации и энергии возбуждения. 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. Методы количественного анализа: метод градуировочного графика, метод добавок.

Источники возбуждения спектров. Механизм возникновения и поддержания электрических разрядов, характеристика источников возбуждения (дуговой разряд: дуга постоянного тока, дуга переменного тока, плазмотрон; искровой разряд: конденсированная и управляемая искра). Способы стабилизации дугового и искрового разрядов. Полюс катод, лазер - схемы и принцип действия. Пламя, индукционно-связанная плазма. Источники возбуждения спектров «Везувий» и «Шаровая молния», используемые в спектральном комплексе «Гранд» с МАЭС.

Типы спектральных приборов. Способы регистрации спектра. Кварцевые и дифракционные спектрометры. Их характеристики (дисперсия, разрешающая способность, светосила). Способы освещения щели. Способы регистрации спектра (визуальный, фотографический, фотоэлектрический). Фотоэлектрические приёмники: типы приёмников, основные свойства фотоэлементов. Фотоумножители. Принцип работы фотодиодной линейки на кремниевых кристаллах. Полихроматор «Роуланд». Программный комплекс «Атом». Проведение качественного спектрального анализа. Построение калибровочных графиков. Проведение количественного спектрального анализа. Оптимизация условий проведения спектрального анализа с помощью программного комплекса «Атом».

Метод атомно-эмиссионной фотометрии пламени. Теоретические основы метода. Принципиальная схема пламенного фотометра и принцип действия. Особенности пламенного источника атомизации и возбуждения. Влияние состава горючей смеси на температуру пламени. Структура пламени, процессы, протекающие при распылении аэрозоля. Факторы, влияющие на результат пламенно-фотометрических определений. Области применения метода.

Тема 3. Методы атомной и молекулярной абсорбционной спектрометрии.

Метод атомно-абсорбционной спектрометрии. Основные теоретические положения, источники возбуждения. Метод ААС с пламенным источником атомизации.

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. Источники излучения, атомизация, спектральные приборы. Методы количественного анализа. Чувствительность атомно-абсорбционного метода.

Молекулярная абсорбционная спектроскопия в видимой и УФ областях. Общая характеристика, возможности метода. Законы поглощения электромагнитного излучения. Причины отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера. Физико-химические условия образования фотометрируемых аналитических форм. Типы соединений, используемых в спектрофотометрии. Выбор оптимальных условий определения. Устранение влияния сопутствующих компонентов. Аппаратура и методы измерения величин, характеризующих светопоглощение. Практическое применение метода для решения аналитических и физико-химических задач.

Тема 4. Другие современные методы.

Метод масс-спектрометрии. Процессы ионизации и принципиальные схемы масс-спектрометров. Ионизация атомов и молекул. Процесс ионизации и типы ионов. Методы ионизации. Принципиальные схемы масс-спектрометров. Магнитный масс-спектрометр. Динамические масс-спектрометры. Спектрометр ион-циклотронного резонанса. Применение масс-спектрометрии. Идентификация и установление строения веществ. Определение потенциалов ионизации молекул и появления. Масс-спектральные термодинамические исследования.

Тема 5. Использование рентгеновского излучения для анализа состава и структуры веществ.

Теоретические основы метода. Виды излучения и его характеристики. Основные виды переходов в молекулах. Классификация методов исследования на основе видов первичного и вторичного пучка, на основе энергий зондирующих частиц и по характеру взаимодействий зондирующих пучков и полей с веществом. Генерация рентгеновского излучения. Устройство рентгеновской трубки, фильтрация рентгеновского излучения. Процессы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом. Закон Мозли. Фотоэффект, сечение фотоэффекта. Длина свободного пробега электронов. Безызлучательный переход, флуоресцентный выход. Упругое (рэлеевское) рассеяние. Эффект Комптона. Методы рентгеновского анализа.

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФЛА). Рентгеновская флуоресценция, обозначение рентгеновских линий. Аппаратура, используемая в РФЛА. Энергодисперсионные и волновые (последовательные и многоканальные) спектрометры. Детекторы рентгеновского излучения. Способы рентгено-флуоресцентного анализа. Качественный анализ, сигнатурный анализ. Количественный анализ, способы учета матричного эффекта, внутренний и внешний стандарт. Области использования и преимущества РФЛА.

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС). Основное уравнение фотоэффекта. Вид фотоэлектронного спектра, обозначение линий. Возможности метода РФЭС, глубина анализа. Химический сдвиг, идентификация функциональных групп и электронных состояний. Оже-эффект, Оже-электронная спектроскопия. Устройство спектрометра, подготовка образцов для исследования. Интерпретация спектров.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, проведения опроса перед выполнением лабораторных работ, защиты представленных по ним отчетов и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Виды контроля, форма проведения, формируемые компетенции

№ п/п	Вид контроля	Форма контроля	Индикатор сформированных компетенций
1	Текущий	Защита отчетов после каждой выполненной лабораторной работы	ИОПК-2.1 ИОПК-2.3 ИОПК-2.4
2	Рубежный (обобщающий)	Тестирование	ИОПК-1.1 ИОПК-1.2 ИОПК-1.3
3	Промежуточный	Зачет	17 неделя

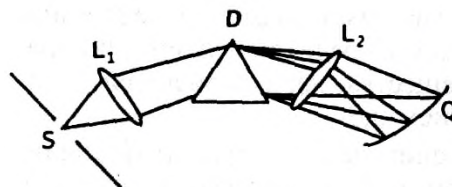
Текущий контроль влияет на промежуточную аттестацию. Студенты, которые выполнили все лабораторные работы и при защите отчетов получили оценку не ниже «удовлетворительно» допускаются к тестированию.

Тестирование осуществляется в системе Moodle. Все тестовые задания, в соответствие с темами курса, сгруппированы в 5 категорий. Студент должен ответить в течение 50 минут на 25 случайно выпадающих вопросов из банка данных.

Примерный перечень вопросов теста:

Вопрос №1. На рисунке приведена оптическая схема спектрографа ...

1. Дифракционного
2. Призмного
3. Коллиматорного
4. Комбинированного



Вопрос №2. Окрашенный раствор поместили в кювету с толщиной светопоглощающего слоя 1 см, $\varepsilon = 10^4$. Какова оптическая плотность раствора с концентрацией $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л?

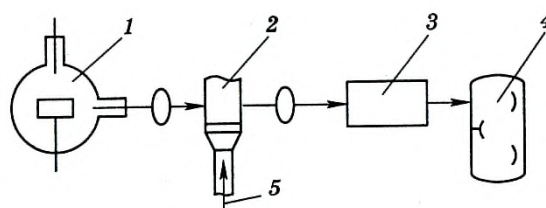
1. 100
2. 0,1
3. 0,01
4. 1,0

Вопрос №3. Излучение с длиной волны $9 \cdot 10^{-5}$ см относится к...

1. Видимой области спектра	3. ИК-области спектра
2. УФ-области спектра	4. МВ-излучению

Вопрос №4. На рисунке приведена схема атомно-абсорбционного спектрометра. Номером 2 обозначен:

1. Источник возбуждения
2. Монохроматор
3. Приемник света
4. Источник атомизации



Шкала оценивания результатов тестирования

Оценивание ответов на вопросы теста в баллах	< 20	20–29	30–39	40–50
Сформированность компетенций	Не сформированы	Сформированы фрагментарно	Сформированы частично	Сформированы полностью
Рекомендовано	Повторное тестирование	Зачет-автомат	Зачет-автомат	Зачет-автомат

Зачет в пятом семестре получают студенты, выполнившие все лабораторные работы, защитившие отчеты на оценку не ниже «удовлетворительно», набравшие за выполнение тестового задания не менее 20 баллов.

11. Учебно-методическое обеспечение

- а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» - <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=22928>
- б) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.
- в) План лабораторных и практических занятий по дисциплине.
- г) Методические указания по проведению лабораторных работ.
- д) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

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. : Бинум. Лаборатория знаний, 2014. – 711 с.
 - Соболева О. А. Рентгенофлуоресцентный метод анализа // Молодежь в науке и творчестве. Материалы международной научно-практической конференции обучающихся: сборник научных статей: сборник научных статей: в 2 частях. Гжельский государственный университет. 2016 г.
 - Пентин Ю. А., Вилков Л. В. Физические методы исследования в химии. – М : Мир, 2003.
 - Ю. А. Пентин, Г. М. Курамшина. Основы молекулярной спектроскопии: уч. пособие / М.: Мир: БИНОМ, Лаборатория знаний, 2008. – 398 с.
 - Бахтиаров А. В., Савельев С. К. Рентгенофлуоресцентный анализ минерального сырья. СПб : Изд-во СПб ун-та., 2014. – 132 с.
 - Отмахов В. И., Петрова Е. В. Метод дуговой атомной спектроскопии с многоканальным анализатором эмиссионных спектров (Учебно-методическое пособие). Томск : РИО ТГУ. 2014. – 75 с.
 - Отмахов В. И., Петрова Е. В., Киселева М. А. Спектроскопические методы анализа. Учебное пособие. Томск : РИО ТГУ, 2010. – 149 с.
- б) дополнительная литература:
 - Пупышев А. А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. – М. : Техносфера, 2009. – 782 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>

– Алов Н. В., Лазов М. А., Ищенко А. А. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия. Учеб. пособ. (Моск. гос. ун-т тон. хим. технол.). М : МИТХТ. 2013. – 66 с.

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

Аудитории для проведения занятий лекционного типа.

Аудитории для проведения занятий семинарского типа, индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Помещения для самостоятельной работы, оснащенные компьютерной техникой и доступом к сети Интернет, в электронную информационно-образовательную среду и к информационным справочным системам.

– 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 «Физические методы исследования» поддерживается самым современным оборудованием:

– атомно-эмиссионный спектрометр "Гранд" с многоканальным анализатором эмиссионных спектров в комплексе с полихроматором «Роуланда» 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;
- спектрометр EDX Pocket Series (SkycrayInstrument, КНР)

15. Информация о разработчиках

Отмахов Владимир Ильич, доктор тех. наук, профессор, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, профессор.

Петрова Елена Васильевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.

Изаак Татьяна Ивановна, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.