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

Физический факультет

УТВЕРЖДЕНО: Декан физического факультета С.Н. Филимонов

Оценочные материалы по дисциплине

Эмиссионный анализ

по направлению подготовки

03.03.02 Физика

Направленность (профиль) подготовки : Фундаментальная и прикладная физика

Форма обучения **Очная** 

Квалификация **Бакалавр** 

Год приема **2025** 

СОГЛАСОВАНО: Руководитель ОП С.Н. Филимонов

Председатель УМК О.М. Сюсина

Томск – 2025

## 1. Компетенции и индикаторы их достижения, проверяемые данными оценочными материалами

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ОПК-2 Способен проводить научные исследования физических объектов, систем и процессов, обрабатывать и представлять экспериментальные данные;.

ПК-1 Способен проводить научные исследования в выбранной области с использованием современных экспериментальных и теоретических методов, а также информационных технологий.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИОПК 2.2 Анализирует и интерпретирует экспериментальные и теоретические данные, полученные в ходе научного исследования, обобщает полученные результаты, формулирует научно обоснованные выводы по результатам исследования

ИПК 1.1 Собирает и анализирует научно-техническую информацию по теме исследования, обобщает научные данные в соответствии с задачами исследования

#### 2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Текущий контроль по дисциплине включает в себя входной контроль преподавателем степени подготовленности студентов к выполнению лабораторных работ, допуск к проведению эксперимента и проверку отчетов по лабораторным работам.

Критерии оценивания: По каждой выполненной лабораторной работе должен быть предоставлен письменный отчет содержащий название и тему работы, теоретическое описание используемых методов и устройств используемых в работе, процесс получения и анализа экспериментальных данных, а так же выводы полученные на основании обработки обсуждения результатов эксперимента.

Оценка производиться методом «простое непосредственное оценивание» по шкале зачтено/не зачтено.

### 3. Оценочные материалы итогового контроля (промежуточной аттестации) и критерии оценивания

Список лабораторных работ обязательных к выполнению:

- 1. Специализированное программное обеспечение эмиссионных анализаторов, искровой эмиссионный спектрометр Искролайн 300К.
- 2. Количественный спектральный анализ низко-среднелегированных и высоколегированных сталей
- 3. Количественный спектральный анализ бронз, латуней, алюминия.
- 4. Количественный спектральный анализ меди.
- 5. Составление методики испытаний по набору спектральных эталонов.

Промежуточная аттестация по лабораторному практикуму проводится в форме зачета, который предусматривает написание отчетов по проведенным лабораторным работам по темам:

– «Специализированное программное обеспечение эмиссионных анализаторов, искровой эмиссионный спектрометр Искролайн 300К»

Отчет должен содержать постановку задачи, устройство эмиссионного спектрометра Искролайн 300К, порядок выполнения количественного анализа на приборе.

- «Количественный спектральный анализ низко-среднелегированных и высоколегированных сталей»

Отчет должен содержать постановку задачи, ход работы в виде последовательности действий для получения требуемого результата, результаты количественного анализа предоставленной пробы.

«Количественный спектральный анализ бронз, латуней, алюминия»

Отчет должен содержать постановку задачи, ход работы в виде последовательности действий для получения требуемого результата, результаты количественного анализа предоставленной пробы.

- «Количественный спектральный анализ бронз, латуней, алюминия»

Отчет должен содержать постановку задачи, ход работы в виде последовательности действий для получения требуемого результата, результаты количественного анализа предоставленной пробы.

– «Количественный спектральный анализ меди»

Отчет должен содержать постановку задачи, ход работы в виде последовательности действий для получения требуемого результата, результаты количественного анализа предоставленной пробы.

«Составление методики испытаний по набору спектральных эталонов»

Отчет должен содержать постановку задачи, теоретические сведения о методе трех эталонов, описание принципов построения методики количественного анализа в ПО спектрометра «Искролайн 300К», описание принципов выбора аналитических линий и построения градуировочных кривых, результат построения градуировочных кривых и результат определения концентраций химических элементов в неизвестной пробе, возможные пути устранения неточности расчетов концентраций и улучшения методики.

## 4. Оценочные материалы для проверки остаточных знаний (сформированности компетенций)

Вопрос 1: Перечислите основные характеристики спектральной линии.

Ответ: Основными характеристиками спектральной линии являются:

- 1. частота (v, c-1) либо длина волны ( $\lambda$ , нм), либо волновое число (v, см-1). Все эти величины взаимосвязаны: hv = c,  $v = 1/\lambda$ . Выбор той или иной величины определяется, как правило, удобствами в работе.
- 2. интенсивность I. под интенсивностью спектральной линии в спектре испускания обычно понимают энергию, переносимую излучением в единицу времени. при исследовании спектров поглощения понятие интенсивности спектральной линии связывают с количеством поглощенной энергии при длине волны спектральной линии. мерой интенсивности спектральной линии может служить коэффициент поглощения kv.
- 3. Ширина спектральной линии  $\Delta\lambda$ , нм, или  $\Delta\nu$ , с-1 . Шириной спектральной линии называют ширину ее контура, измеренную на половине максимального значения интенсивности.

Вопрос 2: Что определяет интенсивность спектральной линии./

Ответ: Интенсивность спектральной линии  $I_{\rm mn}$ , соответствующей переходу между уровнями энергии m и n, приближенно (с точностью до самопоглощения) определяется выражением

 $I_{mn}=N_mA_{mn}hv_{mn}$ 

где  $N_m$  - число атомов в возбужденном состоянии m;  $A_{mn}$  - вероятность перехода из возбужденного состояния m в более низкое энергетическое состояние n;  $v_{mn}$  - частота излучения, соответствующего этому переходу; h - постоянная Планка.

Для термически равновесной плазмы число атомов  $N_{\rm m}$ , находящихся на возбужденном энергетическом уровне с энергией  $E_{\rm m}$ , определяется законом Больцмана:

$$rac{N_i}{N} = rac{e^{-arepsilon_i/kT}}{\sum_{j=1}^M e^{-arepsilon_j/kT}}$$

где N - число атомов в невозбужденном состоянии; T - температура газа; k - постоянная Больцмана;  $g_m$  и  $g_0$  - статистические веса возбужденного и основного состояний, то есть количества разных квантовых состояний атома с одинаковой энергией.

Подставляя уравнения, получаем выражение, связывающее интенсивность спектральной линии с количеством атомов элемента в плазме:

$$I_n = N\tau_0(1-\alpha)\frac{g_n}{g_0}e^{\frac{-E_n}{kT}}A_nh\nu_n$$

Вопрос 3. Что такое Эмиссионный анализ?

Ответ: Эмиссионная спектроскопия это совокупность методов которые направлены на определение элементного состава исследуемого вещества путем идентификации характеристических линий излучения атомов при переходе электронов на нижние уровни. Возбуждающим фактором может быть дуга постоянного/переменного тока, искра, тлеющий разряд или индуктивно связанная плазма. Энергетический диапазон лежит в оптической части электромагнитного излучения, в качестве детектора которого, как правило, используют линейки приборов с зарядовой связью. Пределы обнаружения элементов различны и лежат в области тысячных долей процента.

#### Вопрос 4. Опишите метод 3х эталонов.

Ответ: Метод трех эталонов состоит в том, что на одну и ту же фотопластинку фотографируют спектры как минимум трех эталонов с известным содержанием определяемого элемента и спектр анализируемого образца. При этом в качестве эталонов могут быть использованы только те образцы, которые по качественному, количественному и структурному составу полностью соответствуют определяемому образцу. То есть для каждой марки стали (на пример) должен быть свой набор эталонов. В данном методе сначала измеряют степень почернения выбранных спектральных линий для эталонных и анализируемого образцов. Затем рассчитывают разность степеней почернения линий определяемого элемента и элемента сравнения. Вычисляют логарифмы концентраций определяемого элемента для эталонных образцов. По полученным данным (для эталонов) калибровочный график: зависимость разности почернения линий определяемого элемента и элемента сравнения от логарифма концентрации (lgC) определяемого элемента. Далее вычисляют разность степеней почернения спектральных линий определяемого элемента и элемента сравнения для анализируемого образца, спектр которого сфотографирован на ту же пластинку. По вычисленной разности степеней почернения с помощью калибровочного графика находят логарифм содержания определяемого элемента и пересчитывают его значение на массовую долю определяемого элемента в анализируемом образце.

Вопрос 5. Опишите методы подготовки металлических проб.

Ответ: При анализе алюминиевых и медных сплавов поверхность пробы рекомендуется подготавливать на токарных или фрезерных станках; в некоторых случаях для подготовки поверхности можно использовать напильник. При этом следует избегать перегрева поверхности пробы и режущего инструмента, т.к. перегрев может менять состав и структуру материала в слое приблизительно 0.1-0.3 мм. Для сталей, чугунов и других прочных материалов для подготовки анализируемой поверхности применяют обработку абразивной бумагой (шкуркой) или абразивным камнем средней крупности, 40 или 60 по ГОСТ 3647. При этом следует иметь в виду, что многие абразивные материалы при шлифовке вносят в поверхность пробы с частицами абразива кремний, алюминий и фосфор, что может повлиять на результаты анализа.

#### Информация о разработчиках

Савельев Егор Сергеевич, Кафедра оптики и спектроскопии, ассистент.