

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего
профессионального образования
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Геологический факультет

УТВЕРЖДАЮ

**Декан Геологического факультета
академик**

_____/Д.Ю.Пушаровский/

«__» _____ 20 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Инструментальные методы анализа вещества

Авторы-составители: Бычкова Я.В., Лубкова Т.Н., Гришанцева Е.С., Дроздова О.Ю.,
Пчелинцева Н.Ф.

Уровень высшего образования:
Бакалавриат

Направление подготовки:
05.03.01 Геология

Направленность (профиль) ОПОП:
Экологическая геология

Форма обучения:
Очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Учебно-методическим Советом Геологического факультета
(протокол № _____, _____)

Москва 20__

Рабочая программа дисциплины (модуля) разработана в соответствии с самостоятельно установленным МГУ образовательным стандартом (ОС МГУ) для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки «Геология» (*программы бакалавриата, магистратуры, реализуемых последовательно по схеме интегрированной подготовки*) в редакции приказа МГУ от 30 декабря 2016 г. № 1674.

Год (годы) приема на обучение – 2017.

© Геологический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова

Программа не может быть использована другими подразделениями университета и другими вузами без разрешения факультета.

Цель и задачи дисциплины

Целью является ознакомление и овладение современными инструментальными методами исследования химического состава вещества.

Задачи:

- изучение физических принципов различных аналитических методов изучения вещества;
- знакомство с условиями и ограничениями применения различных методов для решения геолого-геохимических и эколого-геохимических задач;
- получение навыков обработки аналитических данных и построения методик исследования.

1. Место дисциплины в структуре ОПОП ВО – вариативная часть; естественно-научный блок, обязательные дисциплины, курс – III, семестр – 5.

2. Входные требования для освоения дисциплины, предварительные условия:

освоение дисциплин «Общая геология», «Общая химия», «Основы неорганической химии», «Аналитическая химия», «Минералогия с основами кристаллографии», «Физика», Дисциплина необходима в качестве предшествующей для дисциплин «Экологическая геохимия», «Геохимия элементов», «Промышленная экология», учебной профильной практики по эколого-геохимическим методам исследований, а также для научно-исследовательской работы и выполнения выпускных квалификационных работ.

3. Результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с требуемыми компетенциями выпускников.

Компетенции выпускников, формируемые (полностью или частично) при реализации дисциплины:

ПК-1.Б Способность самостоятельно осуществлять сбор геологической информации, использовать в научно-исследовательской деятельности навыки полевых/лабораторных исследований (формируется частично).

ПК-8.Б Готовность к работе на современных полевых/лабораторных приборах, установках и оборудовании в соответствии с профилем подготовки (формируется частично).

Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю):

Знать: принципы, условия и границы применения основных аналитических методов изучения состава вещества, нормативные документы, определяющие качество проведения лабораторных работ, мероприятия по организации техники безопасности при работе с лабораторным оборудованием.

Уметь: подбирать методологическую схему и методики исследований вещества природных объектов и экспериментально полученных материалов, грамотно производить отбор вещества для осуществления конкретных исследований, корректно обрабатывать, критически анализировать и интерпретировать получаемые аналитические данные.

Владеть: навыками инструментальной работы, основными методами математической и статистической обработки результатов инструментальных измерений.

4. Формат обучения – лекционные и лабораторные занятия, самостоятельная работа студентов.

5. Объем дисциплины (модуля) составляет 5 з.е., 180 академических часов, в том числе аудиторных – 80 академических часов (16 часов – лекции, 64 часа – лабораторные занятия), самостоятельная работа обучающихся – 100 часов. Форма промежуточной аттестации – зачет.

6. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий

Краткое содержание дисциплины (аннотация):

Дисциплина «Инструментальные методы анализа вещества» направлена на ознакомление обучающихся с современными инструментальными методами анализа вещества, используемыми в геологических, геохимических и экологических исследованиях (в том числе экспериментальных); освоение некоторых методов; овладение комплексной обработкой и интерпретацией аналитических данных. Рассматриваются вопросы отбора и подготовки образцов к различным видам анализа; основные инструментальные методы химического анализа геологических образцов (атомно-эмиссионный, атомно-абсорбционный, рентгенофлуоресцентный и масс-спектрометрический методы анализа). Каждому методу исследований посвящен специальный раздел дисциплины для ознакомления с физическими основами методов и оборудованием; овладения принципами пробоподготовки, выполнения измерений и обработки и данных для решения геологических, геохимических и экологических задач.

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), Форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе			
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем) Виды контактной работы, часы			Самостоятельная работа обучающегося, часы
		Занятия лекционного типа	Занятия лабораторного типа	Всего	
Раздел 1. Введение. Основные инструментальные методы химического анализа геологических образцов	8	2	-	2	Подготовка к устному опросу, 6 часов
Раздел 2. Основы отбора и подготовки геологических проб к анализу	14	-	4	4	Подготовка к устному опросу и контрольной работе, 4 часа; решение индивидуальных задач, 6 часов
Раздел 3. Некоторые методы экспериментальных исследований (ХПК, адсорбция и десорбция)	26	-	8	8	Подготовка к устному опросу, 6 часов; решение индивидуальных задач, 12 часов
Раздел 4. Атомно-эмиссионная спектроскопия	36	4	16	20	Подготовка к устным опросам и контрольной работе, 8 часов; выполнение расчетно-графической работы, 8 часов
Раздел 5. Атомно-абсорбционная спектроскопия	36	4	16	20	Подготовка к устным опросам и контрольной работе, 8 часов; выполнение расчетно-графической работы, 8 часов
Раздел 6. Рентгенофлуоресцентный метод анализа	36	4	16	20	Подготовка к устным опросам и контрольной работе, 8 часов; выполнение расчетно-графической работы, 8 часов
Раздел 7. Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой	14	2	4	6	Подготовка к устным опросам и контрольной работе, 8 часов
Промежуточная аттестация <i>зачет</i>	10				10 часов
Итого	180	80			100

Содержание разделов дисциплины:

1. Введение, основные инструментальные методы химического анализа геологических образцов.

Темы лекций: Предмет и методы: современные инструментальные методы химического анализа вещества.

Занятия посвящены изучению особенностей практического применения инструментальных методов для анализа химического состава геологических, геохимических и экологических образцов, возможности и ограничения.

Самостоятельная работа – подготовка к устному опросу.

2. Основы отбора и подготовки геологических проб к анализу.

Правила и способы отбора геологических образцов, подготовка образцов к химическому анализу. Дробление и истирание горных пород, приборы и инструменты для измельчения проб, химическое разложение горных пород, почв, донных отложений.

Лабораторные занятия посвящены практическому ознакомлению с основными методами подготовки геологических проб к инструментальному химическому анализу, а также с основами безопасной работы в химической лаборатории. Проводится инструктаж по технике безопасности при работе на оборудовании для измельчения твердых проб. Занятия включают дробление образцов в ступке Абиха, квартование, истирание в яшмовой/агатовой ступке, упаковку порошков в геохимические пакеты, химическое разложение проб горных пород, почв и донных отложений различными методами (спекание и микроволновое кислотное разложение).

Самостоятельная работа – изучение рекомендуемой литературы, подготовке к устному опросу, контрольным работам, решение индивидуальных задач по пробоподготовке на основе полученных навыков в ходе лабораторных занятий.

3. Некоторые методы экспериментальных исследований (ХПК, адсорбция и десорбция)

Использование ХПК и БПК как стандартных тестов определения качества вод.

Органические вещества поверхностных и сточных вод, методы их определения (отбор, консервация, особенности препаративных работ).

Исследования адсорбции и десорбции элементов для твердой фазы. Определение явлений и их теория, примеры практического применения.

Лабораторные занятия: Определение ХПК раствора легко-окисляемого индивидуального органического соединения (в отсутствие хлорид-ионов). Исследование адсорбции фосфат-иона на лессовидном суглинке в статических условиях. Исследование десорбции кадмия из лессовидного суглинка в динамических условиях.

Самостоятельная работа - подготовка к устному опросу, решение индивидуальных расчетно-графических работ по темам лабораторных занятий, изучение рекомендуемой литературы.

4. Атомно-эмиссионная спектроскопия

Темы лекций: Спектроскопические методы; классификация спектроскопических методов по типу взаимодействия излучения с веществом, в соответствии с диапазонами энергии электромагнитного излучения, по изучаемым объектам (ядерная, атомная, молекулярная).

Спектры испускания и спектры поглощения; типы энергетических уровней и соответствующие им переходы. Интенсивность спектральных линий; ширина спектральных линий; эффект Доплера; ударное (лоренцевское) уширение. Структура атомных и молекулярных спектров; схема энергетических уровней двухатомной молекулы. Регистрация и графическое представление спектров. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Коэффициент поглощения, пропускания, оптическая плотность.

Спектральные приборы; общая характеристика. Основные узлы спектральных приборов: отделение для пробы; источники внешнего излучения; анализаторы спектра: оптические фильтры, анализаторы диспергирующего типа, анализаторы модуляционного типа; приемники (детекторы) излучения. Атомная спектроскопия; общие положения; сферы

применения методов атомной спектроскопии; схемы процессов, лежащих в основе методов атомной спектроскопии. Классификация методов атомной спектроскопии.

Атомно-эмиссионная спектроскопия; основы метода. Закон распределения Больцмана; уравнение Ломакина-Шайбе. Атомизаторы: плазма, электрическая дуга, электрическая искра, индуктивно-связанная плазма, тлеющий разряд Гримма. Спектральные помехи; самопоглощение; излучение и поглощение фона; наложение атомных спектральных линий. Физико-химические помехи; полнота испарения и атомизации пробы; ионизация. Температура ионизатора. Модификаторы матрицы. Обжиг, обыскривание. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода; диапазон определяемых содержаний; воспроизводимость. Способы монохроматизации и регистрации спектров. Области применения атомно-эмиссионной спектроскопии. Качественный и количественный анализ.

Лабораторные занятия: Проводится инструктаж по технике безопасности при работе на спектро-аналитическом оборудовании. Обучающиеся осваивают методы подготовки геохимических проб к атомно-эмиссионному спектральному анализу. Во время лабораторных работ обучающийся осваивает основные этапы проведения атомно-эмиссионного спектрального анализа с дуговым разрядом и получает практические навыки анализа геохимических проб с использованием двух спектро-аналитических комплексов:

1. «АИ-3К-Резонанс» в который входят: полуавтоматическое устройство подачи проб в дуговой разряд; система силового питания дуги переменного тока «Резонанс» с генератором дуги переменного тока «ИВС-28»; дифракционный спектрометр PGS-2 (Carl Zeiss Jena) с фотоэлектронным детектором МОРС-9 производства ООО «МОРС» с девятью линейными приемниками с зарядовой связью; компьютер с программным обеспечением с программами SR303-PCI-n SPDA0106.

2. Атомно-эмиссионная установка производства «ВМК-Оптоэлектроника» включающая дифракционный спектрограф ДФС-13-2, компактный дуговой генератор, установку «Поток» для введения порошковых проб методом просыпки-вдувания; многоканальный анализатор эмиссионных спектров, включающий пять линеек фотодиодов; многофункциональный программный пакет «Атом 3.2» для управления всеми стадиями количественного спектрального анализа и обработки полученных результатов.

После проведения анализа студенты проводят обработку результатов измерений и определяют метрологические характеристики.

Самостоятельная работа - подготовка к устному опросу, контрольным работам, решение индивидуальных расчетно-графических работ по темам лабораторных занятий, изучение рекомендуемой литературы.

5. Атомно-абсорбционная спектроскопия

Темы лекций: Принцип метода атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Принцип работы и общая схема атомно-абсорбционных спектрометров. Источники первичного излучения. Источник свободных атомов. Пламенная атомизация. Электротермическая атомизация. Химические модификаторы. Оптические системы. Детекторы. Измерение сигнала.

Аналитические характеристики метода. Определяемые элементы. Характеристическая концентрация. Предел обнаружения. Сходимость и повторяемость результатов определений. Правильность результатов анализа. Получение градуировочных характеристик. Градуировочный график. Способ стандартных добавок. Способ ограничивающих растворов. Химические помехи. Спектральные помехи. Аддитивные и мультипликативные помехи, способы их учета и контроля. Способы автоматического учета неселективного поглощения. Матричный эффект. Систематические погрешности.

Атомно-абсорбционные спектрометры с селективным источником света. Атомно-абсорбционные спектрометры высокого разрешения с непрерывным источником спектра. Принцип работы и общая схема.

Применение атомно-абсорбционной спектрометрии в аналитической химии различных объектов.

Лабораторные занятия посвящены знакомству с атомно-абсорбционными приборами различных моделей, в том числе, 207 фирмы "Hitachi" (Япония), AAS-3 фирмы Карл Цейсс Йена, contrAA® 700 фирмы Analytik Jena AG (Германия). Проводится инструктаж по технике безопасности в химической лаборатории и при работе на атомно-абсорбционных спектрометрах. В ходе лабораторных работ производится определение ряда элементов в воздушно-ацетиленовом пламени; освоение методик пробоподготовки, определения концентраций, расчету метрологических характеристик.

Самостоятельная работа – подготовка к устному опросу, контрольным работам, выполнение индивидуальных расчетно-графических работ по темам лабораторных занятий, изучение рекомендуемой литературы.

6. Рентгенофлуоресцентный метод анализа

Темы лекций: Физические основы методов рентгеновской спектроскопии. Рентгеновское излучение. Характеристическое рентгеновское излучение. Рентгеновский спектр. Диаграммные, запрещенные и сателлитные спектральные линии. Номенклатура рентгеновских линий (Зигбан, IUPAC), их относительные интенсивности. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Ионизация и фотоэффект. Оже-эффект и выход флуоресценции. Поглощение рентгеновского излучения веществом, упругое и неупругое (комптоновское) рассеяние; край поглощения.

Оборудование для рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Источник возбуждения спектра (рентгеновская трубка, радиоизотопный источник). Разложение рентгеновского излучения в спектр. Спектрометры с волновой дисперсией (СВД). Дифракция рентгеновских лучей на кристалл-анализаторе. Пропорциональный и сцинтилляционный счетчики для детектирования рентгеновского излучения. Спектрометры с энергетической дисперсией (СЭД). Полупроводниковые детекторы (Si-Pin, SDD). Спектральное разрешение СВД и СЭД. Матричные эффекты. Обработка спектров (метод фундаментальных параметров, метод комптоновской нормализации).

Возможности РФА в исполнении СВД и СЭД. Пробоподготовка, качественный и количественный анализ твердых и жидких образцов. Выбор стандартных образцов состава веществ. Особенности анализа легких элементов. Методики анализа горных пород, почв, донных отложений, металлов и сплавов. Обработка результатов. Метрологические характеристики метода.

Основы радиационной безопасности. Использование метода РФА при геологическом картировании, геохимических поисках, геологоразведочных работах, экологическом мониторинге компонентов окружающей среды, в смежных дисциплинах.

Лабораторные занятия. Ознакомление с аппаратурой, входящей в комплекс установки для энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа, и этапами выполнения измерений. Проводится инструктаж по технике безопасности при работе на рентгенофлуоресцентном оборудовании. Подготовка и анализ образцов элементов с близкими энергиями главных характеристических линий спектра для визуализации потенциальных спектральных помех (интерференций).

Качественный и количественный анализ твердых геологических образцов. Методики пробоподготовки. Анализ рядовых (представительных) образцов, расшифровка спектров. Анализ государственных стандартных образцов (ГСО) состава веществ и образцов сравнения для построения градуировочной зависимости. Анализ рядовых (представительных) образцов в условиях повторяемости и воспроизводимости (опционально - в режиме вакуумирования или продувки инертным газом). Расчет содержаний химических элементов и метрологических характеристик метода.

Качественный и количественный анализ жидких образцов. Методы концентрирования. Подготовка градуировочных растворов известной концентрации из ГСО индивидуальных веществ. Анализ градуировочных и рядовых растворов после концентрирования в условиях повторяемости и воспроизводимости. Расчет содержаний химических элементов и метрологических характеристик метода.

Самостоятельная работа – подготовка к устному опросу, контрольным работам, выполнение индивидуальных расчетно-графических работ по темам лабораторных занятий, изучение рекомендуемой литературы.

7. Масс-спектрометрия. Изотопные методы исследования вещества.

Темы лекций: Физические основы метода масс-спектрометрии. Изотопные методы исследования вещества, стабильные и радиоактивные изотопы, геохронология. Методы подготовки проб к анализу. Индуктивно связанная плазма (ИСП) и ионизация вещества в индуктивно связанной плазме, фокусировка и квадрупольная фильтрация ионов, умножение и детектирование сигнала.

Аналитические характеристики метода. Определяемые элементы. Предел обнаружения. Возможности и ограничения метода, матричный эффект, спектральные интерференции, масс-спектрометрия высокого разрешения, виды масс-спектрометров с индуктивно связанной плазмой и их возможности. Квадрупольные масс-спектрометры, масс-спектрометры высокого разрешения с двойной фокусировкой. Столкновительные и реакционные ячейки, гексаполь, октополь. Методы подготовки проб и расчета результатов анализа, внутренний стандарт, аттестованные стандартные образцы, введение поправок.

Лабораторные занятия посвящены знакомству с масс-спектрометрами различной конфигурации (Element 2, XR, X-Series II, Agilent 7500, 7900). Проводится инструктаж по технике безопасности при работе в химической лаборатории на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой.

Самостоятельная работа - изучение рекомендуемой литературы; подготовка к устному опросу и контрольным работам.

Рекомендуемые образовательные технологии

При освоении дисциплины предусматривается широкое использование активных и интерактивных форм проведения занятий. Учащиеся осваивают методы пробоподготовки и работы с приборами, овладевают приемами работы в лаборатории. По результатам внеаудиторной работы (работа с литературными источниками, ресурсами Интернет, базами данных) студенты под руководством преподавателя готовят решение задач по основным разделам дисциплины. *При чтении лекций* используются интерактивные лекции-визуализации для представления физических основ рассматриваемых инструментальных методов анализа вещества, принципов и схем работы оборудования.

При проведении лабораторных занятий используется кейс-метод с имитацией реальных геологических задач, имеющих практическую значимость, и использованием фактического материала, полученного в ходе реальных геохимических исследований.

7. Фонд оценочных средств (ФОС) для оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю)

7.1. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения текущего контроля успеваемости.

Для текущего контроля успеваемости студентов используются такие формы, как устный опрос, контрольные работы, сдача расчетно-графических работ по темам лабораторных занятий.

По итогам освоения дисциплины проводится промежуточная аттестация в форме зачета.

Перечень вопросов и заданий для текущего контроля успеваемости:

Ведение. Основные инструментальные методы химического анализа геологических образцов:

1. Перечислите современные инструментальные методы химического анализа вещества.
2. Какие методы находят широкое применение при анализе геохимических проб?
3. Дайте сравнительную оценку двух методов (на выбор) с точки зрения возможности и ограничений при анализе геологических образцов.
4. Какие инструментальные методы эффективно применяют при эколого-геохимических исследованиях? Для каких природных сред?

Основы отбора и подготовки геологических проб к анализу:

5. Что такое представительность пробы, чем она определяется?
6. Какие методы отбора геологических проб используются при опробовании?
7. Для каких исследований используют штупфной метод?
8. Для каких исследований используют горстевой метод?
9. Для каких исследований используют бороздовый метод?
10. Для каких исследований используют задииковый и валовый методы?
11. Какие существуют методы дробление проб?
12. Назовите виды механизированного дробления.
13. Назовите виды ручного дробления.
14. Для чего производят истирание и сокращение пробы? Механизированные и ручные методы.

Атомно-эмиссионная спектроскопия:

15. Дайте общую характеристику спектроскопических методов анализа.
16. Перечислите основные параметры электромагнитного излучения.
17. По каким признакам можно классифицировать спектры?
18. Почему любая атомная спектральная линия имеет конечную ширину? Расскажите о факторах, обуславливающих уширение спектральных линий.
19. Расскажите о трех основных характеристиках спектральной линии.
20. По каким принципам можно классифицировать спектроскопические методы?
21. Что представляет собой электромагнитный спектр? Как его изображают графически?
22. Какие спектроскопические методы используют и в атомном, и в молекулярном анализе? Какие – только в атомном и только в молекулярном анализе? Почему?
23. В чем преимущества дифракционных решеток перед призмами при разложении света по длинам волн?
24. Перечислите основные характеристики спектральных приборов. В чем смысл их применения для описания эксплуатационных характеристик приборов?
25. В чем преимущества спектрометров с модуляцией излучения по сравнению традиционными спектрометрами?
26. На чем основан метод атомно-эмиссионной спектроскопии?
27. Что является источником возбуждения атомов в атомно-эмиссионной спектроскопии?
28. Перечислите основные типы атомизаторов в атомно-эмиссионной спектроскопии. Какие из них используются для анализа растворов, а какие для анализа твердых проб?
29. В чем состоят основные причины отклонения от линейной зависимости градуировочных графиков в атомно-эмиссионной спектроскопии?
30. В чем заключается процесс самопоглощения, самообращения спектральной линии?
31. Приведите зависимость интенсивности атомно-эмиссионной линии от концентрации и укажите смысл входящих в эту зависимость параметров.
32. В чем заключаются матричные эффекты и как с ними бороться?
33. Что такое спектроскопические буферы (модификаторы матрицы)? Какие модификаторы матрицы используются для а) подавления ионизации атомов; б) облегчения диссоциации термически устойчивых оксидов.
34. Для определения каких элементов целесообразно использовать пламенный способ атомизации, для каких – искровой?
35. В чем сущность метода внутреннего стандарта? С какой целью его применяют? Какие требования предъявляют к внутреннему стандарту в атомно-эмиссионной спектроскопии?
36. В каком варианте атомно-эмиссионной спектроскопии достигается самый широкий диапазон определяемых концентраций?
37. Охарактеризуйте понятие «последние спектральные линии».
38. Какой источник атомизации целесообразно использовать для атомно-эмиссионного определения: а) кальция в природной воде; б) никеля в горной породе?
39. Что такое спектры испускания и спектры поглощения. Расскажите о типах энергетических уровней и соответствующих им переходах.
40. От чего зависит интенсивность и ширина спектральных линий?

41. Как происходит регистрация спектров?
 42. Расскажите об основных «узлах» спектральных приборов: система введения проб, источники внешнего излучения, анализаторы спектра, приемники излучения.
 43. Что такое спектральные помехи и как они возникают.
 44. Расскажите о метрологических характеристиках методов химического анализа.
 45. Какими способами можно проверить правильность анализа?
 46. В чем отличие случайных погрешностей от систематических?
- Атомно-абсорбционная спектроскопия*
47. Сформулируйте принцип атомно-абсорбционного метода (ААС).
 48. Метод основан на: 1) поглощении света молекулами; 2) поглощении света свободными атомами; 3) излучении света возбужденными атомами и ионами.
 49. Выберите оптимальный метод атомизации для пламенно-фотометрического определения щелочных элементов: 1) электротермический атомизатор; 2) пламя пропан – воздух; 3) пламя закись азота – ацетилен.
 50. Выберите метод атомизации для наиболее чувствительного атомно-абсорбционного определения редкоземельных элементов: 1) пламя ацетилен – воздух; 2) пламя закись азота – ацетилен; 3) электротермический атомизатор.
 51. Выберите метод атомизации для определения ртути на фоновом уровне: 1) пламя ацетилен – воздух; 2) в холодных парах; 3) электротермический атомизатор.
 52. Укажите, какие ионы мешают пламенному атомно-абсорбционному определению кальция: 1) фосфат-ион; 2) хлорид-ион; 3) нитрат-ион.
 53. Выберите параметр, который используют для качественного атомно-абсорбционного анализа: 1) абсорбционность; 2) частота излучения; 3) интенсивность излучения; 4) частота поглощения.
 54. Приведите принципиальную схему атомно-абсорбционного спектрофотометра.
 55. Назовите ограничения метода ААС.
 56. Перечислите основные способы измерения величины неселективного поглощения.
 57. Перечислите основные способы повышения точности результатов.
 58. Назовите основные способы атомизации.
 59. Опишите приготовление градуировочных растворов для атомно-абсорбционного определения железа в цветном сплаве при его массовой доле 0,1-1,0 %, если стандартный раствор железа имеет концентрацию 1,0043 мг/мл, навески исследуемого сплава 0,2000 г, мерные колбы вместимостью 100,0 мл.
 60. В чем разница понятий «чувствительность» и «предел обнаружения»?
 61. Вычислите характеристическую концентрацию германия при его атомно-абсорбционном определении, если при концентрации 100 мкг/мл абсорбционность германия составляет $A = 0,352$.
 62. Характеристическая концентрация марганца при его атомно-абсорбционном измерении в пламени ацетилен-воздух составляет 0,05 ppm. Вычислите молярную концентрацию Mn (II).
 63. От каких факторов зависит величина предела обнаружения в атомно-абсорбционном методе?
 64. Перечислите причины возникновения фона (шума) при пламенном и электротермическом атомно-абсорбционном измерениях.
 65. Как количественно можно охарактеризовать правильности и воспроизводимости результатов атомно-абсорбционного анализа?
 66. При госповерке атомно-абсорбционного спектрометра была проведена серия измерений стандартного раствора меди (II) и получены следующие значения абсорбционности A : 0,242; 0,244; 0,238; 0,232; 0,240; 0,246; 0,246; 0,240; 0,230; 0,242. Через полчаса повторили измерение: 0,244; 0,246; 0,250; 0,241; 0,240; 0,252; 0,254; 0,248; 0,240; 0,246. Оцените погрешность измерения сигнала. Является ли разница результатов двух измерений статистически значимой?
 67. Какими приемами устраняются причины систематических погрешностей, специфичных для атомно-абсорбционного анализа?
 68. Что такое характеристическая масса?

69. Что такое чувствительность в ААС? Назовите способы повышения чувствительности.
70. Чем определяется воспроизводимость метода ААС?
71. Перечислите основные способы определения концентрации, применяемые при количественных атомно-абсорбционных определениях.
72. В результате чего возникают спектральные помехи?
73. Почему состав стандартов, используемых в атомно-абсорбционном методе, должен быть максимально приближен к составу анализируемых проб?
74. Какие химические реакции протекают в атомизаторах?
75. Перечислите, какие основные элементы определяют методом ААС в водах, воздухе, в металлах и сплавах, в рудах и минералах, в почвах.

Рентгенофлуоресцентный метод анализа

76. Что такое рентгеновское излучение? Какой энергией фотонов (длиной волны) оно характеризуется?
77. Являются ли следующие переходы разрешенными или запрещенными: $K-L_1$, $K-M_3$, L_2-M_4 , L_1-L_2 ? Объясните, почему.
78. Почему радиоактивный источник ^{109}Cd испускает рентгеновское излучение $\text{Ag } K$?
79. Назовите материалы, из которых изготавливают анод рентгеновской трубки.
80. Почему важна чистота материала, из которого изготовлен анод рентгеновской трубки?
81. Объясните происхождение характеристического и непрерывного рентгеновского излучения рентгеновской трубки.
82. Почему определение легких элементов методом РФА представляет сложность с точки зрения чувствительности и точности?
83. В чем состоит различие между волнодисперсионным и энергодисперсионным рентгенофлуоресцентным анализом?
84. Сравните спектрометры с ВД и ЭД с точки зрения разрешения и максимальной скорости счета.
85. В чем заключается принцип работы газонаполненного пропорционального счетчика?
86. В чем заключается принцип работы сцинтилляционного счетчика?
87. В чем заключается принцип работы полупроводникового детектора?
88. Какими характеристиками обладают геометрически оптимизированные кремниевые дрейфовые детекторы большой площади поверхности?
89. Какие характеристики, кроме химического состава, могут быть определены методом РФА?
90. Что такое слой насыщения?
91. Опишите особенности метода РФА при анализе порошковых проб? Каковы преимущества и недостатки данного вида пробоподготовки?
92. Каковы пределы обнаружения элементов с различными Z методом РФА?
93. Каковы основные преимущества метода при анализе геологических проб?
94. Какие виды жидких образцов могут быть проанализированы методом РФА?
95. Назовите основные способы предконцентрирования элементов при анализе растворов методом РФА?

Масс-спектрометрия. Изотопные методы исследования вещества

96. Что такое индуктивно связанная плазма? Как она формируется?
97. Как происходит ионизация образца?
98. Для чего нужна ионная оптика?
99. Как происходит формирование потока ионов?
100. Каким образом производится умножение сигнала?
101. Что такое матричный эффект? Почему он возникает?
102. Какие существуют способы для понижения матричных эффектов?
103. Что такое спектральные наложения (интерференции)? Как они возникают?
104. Какие существуют способы преодоления спектральных наложений в квадрупольных масс-спектрометрах?
105. Что такое разрешение? Чем в масс-спектрометрах обеспечивается высокое разрешение?

106. Почему в масс-спектрометрии требуется особая чистота помещений, реактивов и химической посуды?
107. Как осуществляется очищение реактивов и посуды для метода ИСП-МС?
108. Что такое внутренний стандарт и как он используется?
109. Что такое градуировочная серия? Для чего используется градуировочная серия стандартов?
110. Для чего производят разбавление образца?
111. Что такое нормирование и зачем его производят?
112. Какой диапазон концентраций уверенно описывает линейная градуировочная зависимость?
113. Какие способы расчета существуют помимо линейной градуировки? Почему возникает необходимость их использования?
114. Какие существуют методы химического разложения геологических образцов?
115. Почему не существует универсального метода перевода образцов горных пород в раствор?
116. Какие реактивы (кислоты) используют для кислотного разложения образцов?
117. Для чего проводят выпаривание при кислотном разложении?
118. Что такое «последовательность» и «метод» в масс-спектрометрии?
119. Каким образом и для чего производят нормирование при расчетах концентраций примесей в образцах?
120. Как проверить правильность полученных результатов при использовании ИСП-МС?
121. Что такое локальные исследования вещества?
122. В чем различия микронзондового анализа и ИСП-МС с лазерной абляцией?
123. Что такое электронная спектроскопия?

Расчетные домашние задания:

1. Построение градуировочных графиков по образцам сравнения, определение концентраций элементов в различных геохимических образцах.
2. Определение случайных и систематических погрешностей химического анализа.
3. Обработка результатов лабораторных измерений.
4. Определение характеристик чувствительности методов и методик – предела обнаружения, диапазон определяемых содержаний, верхней и нижней границ определяемых содержаний.
5. Определение метрологических характеристик инструментальных методов химического анализа.
6. Проверка правильности и воспроизводимости химического анализа.
7. Расчет величин сорбционного поглощения лесса.
8. Расчет полной емкости образца лесса, количества десорбированного кадмия до проскока иона-заместителя и общего количества десорбированного металла-токсиканта, построение выходных кривых десорбции.

7.2. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения промежуточной аттестации.

Перечень вопросов для промежуточной аттестации (форма аттестации – зачет):

1. Представительность пробы. Методы отбора геологических образцов (штуфной, горстевой, бороздовый, задииковый, валовый).
2. Пробоподготовка. Методы дробления образцов. Виды механизированного и ручного дробления.
3. Пробоподготовка. Истирание образцов; сокращение пробы. Механизированные и ручные способы истирания. Требования и решаемые задачи.
4. Спектроскопические методы и их классификация. Спектры испускания и спектры поглощения. Интенсивность и ширина спектральных линий.
5. Структура атомных и молекулярных спектров. Регистрация и графическое представление спектров.
6. Общая характеристика спектральных приборов, их основные узлы.

7. Атомная спектроскопия. Схемы процессов, классификация методов, сферы применения методов атомной спектроскопии.
8. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Основы метода, типы атомизаторов.
9. Спектральные помехи. Самопоглощение, излучение и поглощение фона, наложение атомных спектральных линий.
10. Физико-химические помехи. Полнота испарения и атомизации пробы, ионизация, модификаторы матрицы.
11. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода атомно-эмиссионной спектроскопии.
12. Способы монохроматизации и регистрации спектров.
13. Области применения атомно-эмиссионной спектроскопии. Качественный и количественный анализ.
14. Матричные влияния в атомно-абсорбционном анализе. Виды и способы устранения.
15. Применение атомно-абсорбционной спектрометрии в аналитической химии различных объектов. Использование метода в аналитическом контроле.
16. Принципиальная блок-схема атомно-абсорбционного спектрометра с селективным источником света.
17. Принцип работы лампы с полным катодом. Лампа с источником непрерывного спектра.
18. Техника и методика работы на атомно-абсорбционных приборах.
19. Использование метода атомно-абсорбционной спектроскопии для определения S, N, Cl, C.
20. Особенности атомно-абсорбционного определения трудноатомизируемых элементов.
21. Пламенная или электротермическая атомизация. Обоснование выбора для анализа объектов окружающей среды и геологических проб. Преимущества и ограничения.
22. Правильность и воспроизводимость результатов атомно-абсорбционного анализа. Способы проверки правильности. Приемы устранения причин систематических погрешностей, специфичных для атомно-абсорбционного анализа.
23. Рентгеновское излучение: характеристики, источники, взаимодействие с веществом (для условий тяжелой и легкой матрицы). Характеристическое излучение, Ионизация и фотоэффект. Оже-эффект. Край поглощения.
24. Рентгеновский спектр. Строение атома. Диаграммные, запрещенные, сателлитные спектральные линии. Номенклатура рентгеновских линий.
25. Принципиальное устройство оборудования для рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Спектрометры с волновой и энергетической дисперсией. Спектральное разрешение.
26. Матричные эффекты, способы их устранения. Методы обработки спектров (фундаментальные параметры, комптоновская нормализация).
27. Качественный и количественный рентгенофлуоресцентный анализ. Метрологические характеристики метода. Возможности и ограничения метода для анализа горных пород, почв, донных отложений.
28. Методики пробоподготовки и анализа твердых образцов. Использование метода РФА при геологическом картировании, литохимических поисках месторождений полезных ископаемых, геологоразведочных работах.
29. Методики пробоподготовки и анализа жидких образцов. Методы концентрирования. Области применения в геохимии, гидрохимии и экологии.
30. Физические основы метода масс-спектрометрии.
31. Изотопные методы исследования вещества, стабильные и радиоактивные изотопы, геохронология.
32. Индуктивно связанная плазма (ИСП) и ионизация вещества в индуктивно связанной плазме
33. Многокислотный микроволновой метод химического разложения горных пород
34. Метод спекания
35. Создание последовательности и метода измерений для ИСП-МС
36. Разнообразие локальных методов исследования вещества
37. Микрозондовый спектрометр.

38. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой с локальным отбором пробы методом лазерной абляции.

8. Ресурсное обеспечение:

А) Перечень основной и дополнительной литературы.

- основная литература

1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. В 2 т. Т. 2. Под ред. Р. Кельнера, Ж.-М. Мерме, М. Отто, Г.М. Видмера. М.: Мир, Издательство АСТ, 2004. 726 с.
2. Аношин Г.Н. Химический анализ в геологии и геохимии. – Новосибирск: ГЕО, 2016. 615 с.
3. Бычкова Я.В., Бычков Д.А., Николаева И.Ю. Методы геохимических исследований. Часть 2. Многоэлементный анализ примесей в геологических пробах методом ИСП-МС (подготовка к измерению и обработка данных). Учебное пособие. Москва. 2019. 60 с.
4. Николаева И.Ю., Фяйзуллина Р.В., Бычкова Я.В. Бычков А.Ю., Бычков Д.А. Методы геохимических исследований. Часть 1. Инструментальные методы количественного химического анализа горных пород. Подготовка геологических проб к химическому анализу. Учебное пособие. Москва. 2019. 54 с
5. Основы аналитической химии. В 2 т.: учеб. для студ. Учреждений высш. проф. образования / [Н.В.Алов и др.]; под ред. Ю.А.Золотова. — 5-е изд., стер. — М.: Издательский центр «Академия», 2012.
6. Отто М. Современные методы аналитической химии. Москва: Техносфера, 2008. 543 с.
7. Павлова Л.А. Физические основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа: учеб. Пособие, Владивосток: Изд. дом Дальневост. федер. ун-та, 2013. 109 с.
8. Пупышев А.А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. – Москва: Техносфера, 2009. 784 с.
9. Пупышев А.А., Суриков В.Т. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой. Образование ионов. Екатеринбург. УрО РАН. 2006. 273 с.
10. Ревенко А.Г. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ природных материалов. Новосибирск: Наука, 1994. 264 с.

- дополнительная литература:

1. Алемасова А.С., Рокурн А.Н., Шевчук И.А. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. Учебное пособие. – Донецк, 2003. 327 с.
2. Альбов М.Н. Опробование месторождений полезных ископаемых. Москва. Недра. 1975.231 с.
3. Афонин В.П., Комяк Н.И. и др. Рентгеноспектральный анализ. Новосибирск: Наука, 1991. 173 с.
4. Барсуков В.И. Пламенно-эмиссионные и атомно-абсорбционные методы анализа и инструментальные способы повышения их чувствительности. – Москва: Машиностроение-1, 2004. 172 с.
5. Бахтияров А.В. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ в геологии и геохимии. Л.: Недра, 1985. 144 с.
6. Бёккер Ю. Спектроскопия. – Москва: Техносфера, 2009. 528 с.
7. Бычкова Я.В., Сеницын М.Ю., Петренко Д.Б., Николаева И.Ю., Бугаев И.А., Бычков А.Ю. Методические особенности многоэлементного анализа горных пород методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Вестник Московского университета, 2016, Серия 4. Геология. № 6. с. 56-63.
8. Бычкова Я.В., Николаева И.Ю., Ермина О.С., Цховребова А.Р., Шубин И.И., Стенников А.В. Методические особенности подготовки твердых геологических проб для мультиэлементного анализа методом ИСП-МС. Вестник Московского университета. 2018, Серия 4: Геология, № 5, с. 54-60.
9. Веригин А.А. Энергодисперсионный рентгеноспектральный анализ. Применение в промышленности. Томск: Изд-во Том. ун-та, 2005. 242 с
10. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. М.: Химия, 1982. 208 с.

11. Лапердина Т.Г. Определение ртути в природных водах. Новосибирск: Наука, 2000. 222 с.
12. Прайс В. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. - Москва: Мир, 1976. 358 с.
13. Терек Т. и др. Эмиссионный спектральный анализ (в 2-х томах). Москва: МИР, 1982. – 1982. 850 с.
14. Applications of inductively plasma mass-spectrometry. Ed. A.R.Date, A.L.Gray. L. Blackie, 1988, 254 p.
15. Bertin E.P. Introduction to X-ray spectrometric analysis. New York, USA: Springer Science+Business Media, 1978. 494 p.
16. Dedina J., Tsalev D.V., Hydride generation atomic absorption spectrometry. Cheester, Wiley, 1995. 544 p.
17. Inductively coupled plasma spectrometry and its applications. Ed. S.J.Hill. Sheffield. Academic Press, 1999. 370 p.
18. Jenkins R. X-Ray Fluorescence Spectrometry. 2nd edition. Hoboken, NJ, USA: Wiley-Interscience, 1999. 232 p.

Б) Перечень лицензионного программного обеспечения: пакеты программ Microsoft Office, Microsoft Office PowerPoint (при необходимости)

В) Перечень профессиональных баз данных и информационных справочных систем не требуются
Базы данных стандартных образцов

Г) программное обеспечение и Интернет-ресурсы:

Основные учебники и пособия размещены на сайте <http://geoweb.ru.>, <http://www.geokniga.org/> (лицензионное программное обеспечение не требуется)

Д) Материально-техническое обеспечение:

а) аудитория, рассчитанная на группу из 10 учащихся; химические лаборатории, оснащенные изучаемой аппаратурой и всем необходимым оборудованием и материалами для пробоподготовки; аудитория, оснащенная оборудованием для расчетов полученных аналитических данных.

б) оборудование – мультимедийный проектор, компьютер, экран, выход в Интернет; ступки Абиха, яшмовые ступки, весы, муфельная печь, микроволновая печь, необходимый набор реактивов и химической посуды, холодильник и др.; аналитические приборы – атомно-эмиссионные спектрометры с дуговым разрядом и индуктивно связанной плазмой, атомно-абсорбционные спектрометры, рентгенофлуоресцентный спектрометр, масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой, оборудование для локальных методов анализа вещества.

9. Язык преподавания – русский.

10. Преподаватель (преподаватели) - Бычкова Я.В., Лубкова Т.Н., Гришанцева Е.С., Пчелинцева Н.Ф., Дроздова О.Ю.

11. Автор (авторы) программы: Бычкова Я.В., Лубкова Т.Н., Гришанцева Е.С., Пчелинцева Н.Ф., Дроздова О.Ю.