

Міністерство освіти і науки України

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

Кафедра хімічної метрології

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Проректор з науково-педагогічної
роботи

_____ А.В. Пантелеймонов

“ _____ ” _____ 2018р.

Робоча програма навчальної дисципліни

**Атомно-емісійна спектрометрія з індуктивно-зв’язаною плазмою та
рентгенофлуоресцентний аналіз**

рівень вищої освіти: другий магістерський рівень

галузь знань: 10 природничі науки

спеціальність: 102 хімія

освітня програма: хімія

спеціалізація

вид дисципліни: за вибором

факультет: хімічний

2018/ 2019 навчальний рік

Програму рекомендовано до затвердження вченою радою хімічного факультету

“31” серпня 2018 року, протокол №7

РОЗРОБНИКИ ПРОГРАМИ: (вказати авторів, їхні наукові ступені, вчені звання та посади)

Беліков Костянтин Миколайович, к.х.н., доцент кафедри хімічної метрології

Програму схвалено на засіданні кафедри хімічної метрології

Протокол від “30” серпня 2018 року № 1

Завідувач кафедри хімічної метрології

_____ О.І Юрченко
(підпис) (прізвище та ініціали)

Програму погоджено методичною комісією
хімічного факультету

Протокол від “31” серпня 2018 року № 1

Голова методичної комісії хімічного факультету

_____ П.В. Єфімов
(підпис) (прізвище та ініціали)

ВСТУП

Програма навчальної дисципліни «Атомно-емісійна спектроскопія з індуктивно-зв'язаною плазмою та рентгенофлуоресцентний аналіз» складена відповідно до освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми підготовки магістра хімії освітньо-кваліфікаційного рівня другий магістерський рівень та до освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми підготовки спеціалістів спеціальності (напряму) 102 хімія спеціалізації «Аналітична хімія і хімічна метрологія»

1. Опис навчальної дисципліни

1.1. Мета викладання навчальної дисципліни: навчити студентів використовувати комплекс теоретичних засад та експериментальних засобів для проведення атомно-емісійного з індуктивно-зв'язаною плазмою та рентгенофлуоресцентного аналізів.

1.2. Основні завдання вивчення дисципліни: вивчення теоретичних основ та принципів, на яких базуються вищевказані методів аналізу; засвоєння методології підготовки проб та проведення вимірювань, методів оцінки метрологічних характеристик методик аналізу.

Студент повинен знати основні вузли відповідного аналітичного обладнання; типові характеристики сучасних атомно-емісійних та рентгенофлуоресцентних спектрометрів; набути навичок практичної роботи на атомно-емісійному спектрометрі з індуктивно-зв'язаною плазмою та рентгенофлуоресцентних спектрометрах з хвильовою та енергетичною дисперсіями.

1.3. Кількість кредитів 7

1.4. Загальна кількість годин 210

1.5. Характеристика навчальної дисципліни	
Нормативна / за вибором	
Денна форма навчання	Заочна (дистанційна) форма навчання
Рік підготовки	
5-й	5-й
Семестр	
9-й	9-й
Лекції	
32 год.	10 год.
Практичні, семінарські заняття	
год.	год.
Лабораторні заняття	
32 год.	10 год.
Самостійна робота	
146 год.	190 год.
Індивідуальні завдання	
год.	

1.6. Заплановані результати навчання екзамен

2. Тематичний план навчальної дисципліни

Розділ 1. Лекції

Тема 1. Рентгенівські спектри. Збудження рентгенівських спектрів. Тормозне рентгенівське випромінювання. Характеристичне випромінювання. Закон Мозлі.

Тема 2. Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Основні типи взаємодії рентгенівського випромінювання з речовиною. Дифракція на монокристалах. Закон Брегга-Вульфа.

Тема 3. Інтенсивність рентгенівської флуоресценції. Фактори, що впливають на інтенсивність рентгенівської флуоресценції. Матричні ефекти. Вплив гранулометричного складу і стану поверхні зразків на аналітичний сигнал.

Тема 4. Апаратне забезпечення рентгенофлуоресцентного аналізу. Принципи роботи спектрометрів з хвилевою та енергетичною дисперсією.

Тема 5. Різновиди рентгенофлуоресцентного аналізу. Спектрометри із вторинними мішенями, з повним внутрішнім відбиттям, поляризацією рентгенівського випромінювання.

Тема 6. Підготовка проб до рентгенофлуоресцентного аналізу. Пробопідготовка рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу.

Тема 7. Кількісний рентгенофлуоресцентний аналіз. Застосування зовнішніх і внутрішніх стандартів. Фізичні моделі та рівняння зв'язку в рентгенофлуоресцентному аналізі.

Тема 8. Практичні питання застосування рентгенофлуоресцентного аналізу. Основні джерела похибок та метрологічні характеристики методик рентгенофлуоресцентного аналізу. Приклади застосування рентгенофлуоресцентного аналізу.

Тема 9. Фізичні основи методу. Історія розвитку. Формування аналітичного сигналу. Характеристики спектральних ліній.

Тема 10. Апаратне забезпечення методу. Основні узли спектрометрів та принципи їх роботи.

Тема 11. Аналітичні характеристики методу. Елементи, що виначаються методом ICP-AES. Лінійний динамічний діапазон, типові межі виявлення елементів.

Тема 12. Фактори впливу на аналітичний сигнал. Спектральні та несектральні впливи на аналітичний сигнал. Методи їх врахування та усунення.

Тема 13. Пробопідготовка для ICP-AES. Види проб, що аналізують. Методи переведення проб у розчин. Метод генерації гідридів.

Тема 14. Кількісний аналіз методом ICP-AES. Побудова градувальних залежностей. Способи підвищення правильності аналізу.

Тема 15. Галузь застосування ICP-AES. Приклади застосування методу. Нормативна документація.

Розділ 2. Лабораторні заняття

Тема 16. Пробопідготовка рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу.

Тема 17. Якісний аналіз методами рентгенофлуоресцентної спектрометрії з хвильовою та енергетичною дисперсією.

Тема 18. Аналіз металевих сплавів.

Тема 19. Приготування багатоелементних стандартних розчинів.

Тема 20. Мікрохвильова підготовка проб

Тема 21. Багатоелементний аналіз водних розчинів.

3. Структура навчальної дисципліни

Назви розділів і тем	Кількість годин											
	денна форма						заочна форма					
	усього	у тому числі					усього	у тому числі				
		л	п	лаб.	інд.	с. р.		л	п	лаб.	інд.	с. р.
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Розділ 1. Лекції												
Тема 1	11	2				9	11	1				10
Тема 2	11	2				9	11	1				10
Тема 3	11	2				9	11	1				10
Тема 4	9	2				7	11	1				10
Тема 5	11	2				9	10	-				10
Тема 6	11	2				9	10,5	0,5				10
Тема 7	12	3				9	10,5	0,5				10
Тема 8	11	2				9	10	-				10
Тема 9	9	2				7	11	1				10
Тема 10	12	3				9	11	1				10
Тема 11	10	2				8	10	-				10
Тема 12	10	2				8	11	1				10
Тема 13	10	2				8	10,5	0,5				10
Тема 14	11	2				9	10,5	0,5				10
Тема 15	11	2				9	11	1				10
Разом за розділом 1	160	32				128	160	10				150
Розділ 2. Лабораторні заняття												
Тема 16	13			6		3	7,5			1,5		6
Тема 17	13			6		3	8,5			1,5		7
Тема 18	13			6		3	9			2		7
Тема 19	11			4		3	8,5			1,5		7
Тема 20	13			4		3	7,5			1,5		6
Тема 21	15			6		3	9			2		7
Разом за розділом 2	78			32		18	50			10		40
Усього годин	210	32		32		146	210	10		10		190

4. Теми семінарських (практичних, лабораторних) занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин	
		денна	заочна
Тема 16	Пробопідготовка рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу	6	1,5
Тема 17	Якісний аналіз методами рентгенофлуоресцентної спектрометрії з хвильовою та енергетичною дисперсією	6	1,5
Тема 18	Аналіз металевих сплавів	6	2
Тема 19	Приготування багатоелементних стандартних розчинів.	4	1,5
Тема 20	Мікрохвильова підготовка проб	4	1,5
Тема 21	Багатоелементний аналіз водних розчинів.	6	2

5. Завдання для самостійної роботи

№ з/п	Види, зміст самостійної роботи	Кількість годин	
		денна	заочна
1	Рентгенівські спектри. Збудження рентгенівських спектрів. Тормозне рентгенівське випромінювання. Характеристичне випромінювання. Закон Мозлі.	9	10
2	Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Основні типи взаємодії рентгенівського випромінювання з речовиною. Дифракція на монокристалах. Закон Брегга-Вульфа.	9	10
3	Інтенсивність рентгенівської флуоресценції. Фактори, що впливають на інтенсивність рентгенівської флуоресценції. Матричні ефекти. Вплив гранулометричного складу і стану поверхні зразків на аналітичний сигнал.	9	10
4	Апаратне забезпечення рентгенофлуоресцентного аналізу. Принципи роботи спектрометрів з хвилевою та енергетичною дисперсією.	7	10
5	Різновиди рентгенофлуоресцентного аналізу. Спектрометри із вторинними мішенями, з повним внутрішнім відбиттям, поляризацією рентгенівського випромінювання.	9	10
6	Підготовка проб до рентгенофлуоресцентного аналізу. Пробопідготовка рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу.	9	10
7	Кількісний рентгенофлуоресцентний аналіз. Застосування зовнішніх і внутрішніх стандартів. Фізичні моделі та рівняння зв'язку в рентгенофлуоресцентному аналізі.	9	10
8	Практичні питання застосування рентгенофлуоресцентного аналізу. Основні джерела похибок та метрологічні характеристики методик рентгенофлуоресцентного аналізу. Приклади застосування рентгенофлуоресцентного аналізу.	9	10
9	Фізичні основи методу. Історія розвитку. Формування аналітичного сигналу. Характеристики спектральних ліній.	7	10
10	Апаратне забезпечення методу. Основні узли спектрометрів та принципи їх роботи.	9	10
11	Аналітичні характеристики методу. Елементи, що виначаються методом ICP-AES. Лінійний динамічний діапазон, типові межі виявлення елементів.	8	10
12	Фактори впливу на аналітичний сигнал. Спектральні та несектральні впливи на аналітичний сигнал. Методи їх врахування та усунення.	8	10
13	Пробопідготовка для ICP-AES. Види проб, що аналізують. Методи переведення проб у розчин. Метод генерації гідридів.	8	10
14	Кількісний аналіз методом ICP-AES. Побудова градувальних залежностей. Способи підвищення правильності аналізу.	9	10

15	Галузь застосування ICP-AES. Приклади застосування методу. Нормативна документація	9	10
16	Пробопідготовка рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу	3	6
17	Якісний аналіз методами рентгенофлуоресцентної спектрометрії з хвильовою та енергетичною дисперсією	3	7
18	Аналіз металевих сплавів	3	7
19	Приготування багатоеlementних стандартних розчинів.	3	7
20	Мікрохвильова підготовка проб	3	6
21	Багатоеlementний аналіз водних розчинів.	3	7
	Разом	146	190

6. Індивідуальні завдання

Не передбачено

7. Методи контролю

Опитування, допуск до лабораторної роботи, екзамен.

8. Схема нарахування балів

Поточне тестування та самостійна робота							Разом	Екзамен	Сума
Розділ 1	Розділ 2						60	40	100
Теми 1-15	T16	T17	T18	T19	T20	T21			
0	10	10	10	10	10	10			

T1, T2 ... T12 – теми розділів.

Екзамен вважається зданим, якщо студент набирає на екзамені не менш 10 балів.

Шкала оцінювання

Сума балів за всі види навчальної діяльності протягом семестру	Оцінка для екзамену
90 – 100	відмінно
70-89	добре
50-69	задовільно
1-49	незадовільно

9. Рекомендована література

Основна література

1. Рентгенофлуоресцентный анализ. Применение в заводских лабораториях. Сб. научных трудов: Пер. с нем. / Под ред. Х. Эрхардта.– М.: Металлургия, 1985. – 256 с.
2. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. – М.: Химия, 1982. – 282 с.
3. Афонин В.П., Гуничева Т.Н., Пискунова Л.Ф. Рентгенофлуоресцентный силикатный анализ. – Новосибирск: Наука, 1984. – 227 с.
4. Жуковский А.Н., Пшеничный Г.А., Мейер А.В. Высокочувствительный рентгенофлуоресцентный анализ с полупроводниковыми детекторами. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 160 с.
5. Чудинов Э.Г. Итоги науки и техники. ВИНТИ. Сер. аналитическая химия. – 1990. - 2. - 251 с.
6. Томпсон М. Уолш Д.Н. Руководство по спектрометрическому анализу с индуктивно-связанной плазмой. Москва: Недра. - 1988.- 288 с.
7. Чудинов Э.Г., Варванина Г.В. Журн. аналит. химии. 1989. 44. № 5. С. 814-826.

8. К.Н.Беликов, Л.И.Михайлова, Н.И.Шевцов, А.Б.Бланк. Особенности определения микропримесей в неорганических материалах методом ICP-AES // Вестник Харьковского национального университета. 2003. № 596. Химия. Вып. 10(33), с. 99-105.

Допоміжна література

1. Блохин М.А., Швейцер И.Г. Рентгеноспектральный справочник. – М.: Наука, 1982. – 374 с.
2. Бердиков В.В., Иохин Б.С., Григорьев О.И., Буров В.П., Стовбур В.И. Снижение предела обнаружения тяжелых элементов в рентгенофлуоресцентном анализе // Прикладная ядерная спектроскопия. – 1983. – № 12. – С. 139-142.
3. Strelci S., Wobrauschek P., Ladisich W., Rieder R., Ainginder H. Total reflection X-ray fluorescence analysis of light elements under various excitation conditions // X-ray Spectrom. – 1995. – Vol. 24, № 3. – P. 137-142.
4. Belikov K. N., Blank A.B., Shevtsov N.I., Morgunov E.I. Application of energy-dispersive X-ray fluorescence spectroscopy in the production of inorganic functional materials // Functional materials. – 1999. – Т. 6, № 1. – P.139-142.
5. Загородний В.В. Влияние физико-механических характеристик порошковых материалов на интенсивность рентгеновских флуоресцентных спектров элементов // Журн. аналит. химии. – 1992. – Т. 47, №8. – С. 1428-1438.
6. Калинин Б.Д., Плотников Р.И. Рентгенофлуоресцентный анализ следов вещества // Завод. Лаб. – 1998. – Т.64, № 2. – С. 16-24.
7. Беликов К.Н., Шевцов Н.И., Бланк А.Б. Рентгенофлуоресцентное определение подвижных форм токсичных элементов в луговых черноземах // Журн. аналит. химии. – 1997. – Т.52, № 8. – С. 872-875.
8. Mirenskaya I.I., Shevtsov N.I., Blank A.B., Belikov K.N. X-ray fluorescence analysis of multicomponent oxide materials: Accuracy control // Journal of alloys and compounds. – 1999. – Vol. 286. – P. 76-79.
9. Золотов Ю.А., Цизин Г.И., Дмитриенко С.Г., Моросанова Е.И. Сорбционное концентрирование микрокомпонентов из растворов: применение в неорганическом анализе. — М.: Наука, 2007. — 320 с.
10. Москвин Л.Н., Царицына Л.Г.. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. — Л.: Химия, 1991. — 256 с.
11. Унифицированные методы исследования качества вод. Тестовые методы анализа вод. Под ред. Кравченко М.С., Осыка В.Ф. — М., 1990. — 120 с.
12. Пантелеев Г.П., Цизин Г.И., Формановский А.А., Старшинова Н.П., Седых Э.М., Кузьмин Н.М., Золотов Ю.А. Сорбционно-атомно-эмиссионное (с индуктивно-связанной плазмой) определение металлов в высокоминерализованных природных водах // Журн. аналит. химии. – 1991. – Т. 46, № 2. – С. 355-360.
13. К.Н. Беликов, Н.Н. Гребенюк, Т.В. Друзенко, Е.П. Кисиль, Л.И. Беликова. Микроволновое разложение образцов органического происхождения при определении примесей методами атомно-абсорбционной спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и инверсионной вольтамперометрии // Вопросы химии и химической технологии, № 3, 2005, С. 9-12.
14. Дерфель К.. Статистика в аналитической химии. — М.: Мир, 1994. — 268 с.

10. Посилання на інформаційні ресурси в Інтернеті, відео-лекції, інше методичне забезпечення

<http://www.mrfn.org/ucsb/chem/icp.pdf>

https://en.wikipedia.org/wiki/Inductively_coupled_plasma_atomic_emission_spectroscopy

<http://www-odp.tamu.edu/publications/tnotes/tn29/technot2.htm>

http://www.unn.ru/books/met_files/RFA.pdf

<http://spectronxray.ru/support/service/basic-rfa/>