

Федеральное агентство научных организаций  
Российская академия наук

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
«Институт машиноведения имени А.А. Благодирова РАН»  
(ИМАШ РАН)

Одобрено на Учёном совете  
ИМАШ РАН  
Протокол № 4  
«12» августа 20 15 г.

УТВЕРЖДАЮ  
Временно исполняющий обязанности  
директора ИМАШ РАН д.т.н., проф.  
В.А. Глазунов  
«19» августа 20 15 г.



## РАБОЧАЯ ПРОГРАММА

УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ  
«ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»

**Направление подготовки**

21.06.01 – Геология, разведка и разработка полезных ископаемых

**Направленность (профиль) программы**

25.00.15 – Технология бурения и освоения скважин

**Квалификация**

Исследователь. Преподаватель-исследователь

**Форма обучения**

Очная  
Заочная

Москва  
20 15

## АННОТАЦИЯ

Дисциплина «Физико-химические методы анализа» реализуется в рамках **Блока 1** Основной профессиональной образовательной программы высшего образования – программы подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук (ИМАШ РАН) аспирантам очной и заочной форм обучения по направлению подготовки 21.06.01 – Геология, разведка и разработка полезных ископаемых.

Рабочая программа разработана с учётом требований ФГОС ВО по направлению подготовки 21.06.01 – Геология, разведка и разработка полезных ископаемых (уровень подготовки кадров высшей квалификации), утвержденного приказом Министерства образования и науки Российской Федерации от 30 июля 2014 года № 886, зарегистрировано в Минюсте Российской Федерации 25 августа 2014 года № 33816.

Общая трудоёмкость дисциплины по учебному плану составляет 3 зач. ед. (108 часов), из них лекций – 24 часа, практических (семинарских) занятий – 36 часов, лабораторных занятий – 0 часов, самостоятельной работы – 48 часов. Дисциплина реализуется на 2-м курсе, в 3-м (осеннем) семестре, продолжительность обучения – 1 семестр.

Текущая аттестация проводится не менее 2 раз в соответствии с заданиями и формами контроля, предусмотренные настоящей программой.

Промежуточная оценка знания осуществляется в период зачётно-экзаменационной сессии в форме зачёта.

## 1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Цель дисциплины «Физико-химические методы анализа»:

### Цель:

- приобретение знаний теоретических основ методов химического анализа (элементных, хроматографических, термических), возможностях и ограничениях методов для решения задач, связанных с контролем состава и свойств веществ;
- приобретение практических навыков работы на современном аналитическом оборудовании химического анализа веществ и материалов для решения задач научно-исследовательской деятельности;
- приобретение опыта комплексных исследований веществ и материалов.

### Задачи:

- теоретическое изучение основ физико-химических методов исследований;
- основные методологические и методические приемы, необходимые для успешного применения этих методов;
- приобретение практических навыков работы с на современном лабораторном оборудовании.

## 2. ТРЕБОВАНИЯ К РЕЗУЛЬТАТАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Процесс изучения дисциплины «Физико-химические методы анализа» направлен на формирование компетенций или отдельных их элементов в соответствии с ФГОС ВО 21.06.01 – Геология, разведка и разработка полезных ископаемых.

### а) универсальные (УК):

- способностью к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях (УК-1);
- способность проектировать и осуществлять комплексные исследования, в том числе междисциплинарные, на основе целостного системного научного мировоззрения с использованием знаний в области истории и философии науки (УК-2);
- готовность участвовать в работе российских и международных исследовательских коллективов по решению научных и научно-образовательных задач (УК-3);
- готовность использовать современные методы и технологии научной коммуникации на государственном и иностранном языках (УК-4);
- способностью планировать и решать задачи собственного профессионального и личностного развития (УК-6).

### б) общепрофессиональных (ОПК):

- способностью планировать и проводить эксперименты, обрабатывать и анализировать их результаты (ОПК-1);
- готовностью к преподавательской деятельности по основным образовательным программам высшего образования (ОПК-4).

В результате освоения дисциплины обучающийся должен:

### Знать:

- современные достижения науки и передовые технологии в области химического анализа;
- методы исследования состава и свойств веществ и материалов;
- теоретические основы атомно-эмиссионной и рентгенофлуоресцентной спектрометрии, газо-жидкостной и жидкостной хроматографии, термического анализа;
- применение, возможности и ограничения методов исследования состава и свойств веществ и материалов;

- основные правила и принципы подготовки проб для различных видов исследований;
- основные этапы апробации и разработки методик.

**Уметь:**

- применять современные методы исследования состава и свойств материалов для решения конкретных в области химии, химической технологии, экологии, геологии;
- проводить подготовку оборудования и объектов исследования к анализу;
- анализировать нормативные документы на проведение исследований состава;
- составлять программы химического анализа;
- проводить обработку результатов элементного, хроматографического и термического методов анализа;

**Иметь опыт:**

- планирования комплексных исследований состава веществ и материалов;
- работы на современном аналитическом оборудовании;
- разработки методик атомно-эмиссионного, рентгенофлуоресцентного, хроматографического и термического анализа жидких и твердых проб;
- отбора и подготовки проб для физико-химических методов интерпретации данных рентгенофлуоресцентного, термогравиметрического и масс-спектрометрического анализа.

### 3. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

#### 3.1. Структура дисциплины

##### Распределение трудоемкости дисциплины по видам учебных работ

Вид учебной работы	Трудоёмкость					
	общая		из них			
	зач.ед	час.	Лекц.	Прак.	Сем.	Сам..
<b>ОБЩАЯ ТРУДОЕМКОСТЬ</b> по Учебному плану	<b>3</b>	<b>108</b>	<b>24</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>84</b>
<i><b>Аудиторные занятия</b></i>	<b>0,65</b>	<b>24</b>	24			
Лекции (Л)	0,65	24	24			
Практические занятия (ПЗ)	0	0		0		
Семинары (С)	0	0			0	
<i><b>Самостоятельная работа (СР) в т.ч. с учётом промежуточного и итогового контроля</b></i>	<b>2,35</b>	<b>84</b>				<b>84</b>
Самоподготовка (проработка и повторение лекционного материала и материала учебников и учебных пособий, подготовка к семинарским и практическим занятиям) и самостоятельное изучение тем дисциплины, подготовка к экзамену	2,35	84				<b>84</b>
<i><b>Вид контроля:</b></i>	<b>зачёт</b>					

### 3.2. Содержание разделов дисциплины

#### Общее содержание дисциплины

№ Раздела	Наименование темы (раздела)	Содержание темы (раздела)
<b>Методы элементного анализа</b>		
1.	Физические основы спектрального анализа веществ методами атомно-эмиссионной и рентгенофлуоресцентной спектрометрии	<p>Строение атома. Термическое возбуждение атомов. Эмиссионные спектры. Схемы электронных уровней и длины волн спектральных линий. Распыление, разложение, атомизация и ионизация. Атомные и ионные линии.</p> <p>Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Механизм возбуждения внутренних электронов. Электронные переходы между внутренними энергетическими уровнями. Соотношение интенсивностей аналитических линий одного элемента.</p>
2ю=.	Назначение и возможности атомно-эмиссионного спектрального анализа	<p>Место атомно-эмиссионного спектрального анализа среди других методов элементного анализа. Преимущество метода. Сфера применения метода. Определяемые элементы. Чувствительность и точность метода. Практика применения метода для оценки составов вод, почв, сплавов, полимерных композитов, функциональных материалов.</p>
3.	Устройство и принцип работы современных приборов для атомно-эмиссионного анализа	<p>Основные конструкционные элементы спектрометров и их характеристики. Системы ввода проб (распылительные камеры, искровой и лазерный пробоотбор). Источники атомизации и возбуждения: пламенная, дуговой и искровой разряды, индуктивно-связанная плазма. Образование аргоновой плазмы, температурные зоны в плазме. Детектирование сигнала. Конструкционные особенности спектрометра iCAP 6300 DUO. Аксиальное и радиальное наблюдение плазмы. Изучение возможностей программы сбора и обработки данных.</p>
4.	Подготовка проб для элементного анализа веществ и материалов методом атомно-эмиссионного спектрального анализа	<p>Нормативные документы на отбор жидких и твердых проб (воды, почвы, горные породы, порошки). Способы гомогенизации и измельчения твердых проб. Оборудование для измельчения различного вида проб, принцип выбора гарнитуры. Подготовка проб воды. Подготовка почв. Выделение подвижных элементов в почвах (ГОСТы). Кислотное выщелачивание. Микроволновое разложение проб в системы микроволнового разложения Mars5 (объекты, кислоты; настраиваемые параметры температуры, давления, мощности). Основные подходы к валовому разложению твердых проб, способы оптимизации.</p>
5.	Качественный и количественный анализ веществ и материалов методом атомно-эмиссионного спектрального анализа	<p>Приготовление модельного раствора ионов металлов и получение полных спектров анализируемой пробы, расшифровка спектров. Разработка методов количественного анализа для проб воды и твердых объектов. Использование стандартных растворов. Процедуры стандартизации, калибровки, рестандартизации. Выбор линий анализируемых элементов. Абсолютная калибровка и калибровка с внутренним стандартом. Учет фона рядом с линией определяемого элемента. Настройка метода: условия измерения, вывод результатов, параметры источника плазмы, ввод стандартов и концентраций элементов. Приготовление</p>

		модельных растворов, проведение анализа и обработка данных.
6.	Назначение и возможности метода рентгенофлуоресцентного анализа. Устройство и принцип работы рентгенофлуоресцентных спектрометров	Области применения рентгенофлуоресцентного анализа. Анализируемые элементы. Методики рентгенофлуоресцентного анализа. Основные конструкционные элементы спектрометров. Энергодисперсионные и волнодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры. Чувствительность метода. Особенности и принципы управления рентгенофлуоресцентным спектрометром Quant'X.
7.	Подготовка проб для рентгенофлуоресцентного спектрометра	Виды проб. Основные задачи пробоподготовки. Способы гомогенизации и измельчения твердых проб. Критерии выбора пробоподготовки проб для рентгенофлуоресцентного анализа. Полировка, прессование, сплавление. Оборудование пробоподготовки. Связующие добавки для прессования. Требования к образцам для плавления. Выбор состава флюса. Адгезионные добавки.
8.	Элементный анализ твердых проб методом рентгенофлуоресцентного анализа	Качественный рентгенофлуоресцентный анализ. Настройка спектрометра: настройка энергетической шкалы и разрешения спектрометра Quant'X. Выбор условий качественного анализа модельных проб и составление программы работы прибора. Получение спектров модельных проб и интерпретация результатов. Автоматическая интерпретация. Оценка правильности автоматической интерпретации с использованием KLM-маркеров. Количественный рентгенофлуоресцентный анализ. Составление программы количественного анализа веществ и материалов. Выбор стандартных образцов. Алгоритмы количественного анализа.
9.	Качественный и количественный анализ углерода, водорода, азота и серы в твердых и вязких пробах	Области применения и объекты исследования для CHNS-анализатора. Процессы, лежащие в основе метода. Устройство и принцип действия CHNS-анализаторов. Особенности архитектуры анализатора Flash 2000. Стандартные образцы для построения калибровочных графиков. Руководство Cook Book и выбор оптимальных условий анализа объектов: навеска, катализатор, время напуска кислорода. Проведение измерений содержания элементов C, H, N в модельной пробе.
<b>Хроматографические методы анализа</b>		
10.	Основы хроматографического анализа. Общая характеристика хроматографических методов	Основные понятия и определения хроматографии. Классификация методов хроматографии. Устройство хроматографов. Неподвижные фазы. Типы детекторов. Селективность и эффективность хроматографической системы.
11.	Подготовка пробы для хроматографического анализа	Требования к пробам для хроматографического анализа. Очистка растворителей. Жидко-жидкостная и твердофазная экстракция (ТФЭ). Выбор сорбента для ТФЭ. Концентрирование целевых веществ в разбавленных пробах. Оборудование для пробоподготовки.
12.	Разработка методов хроматографического анализа. Качественный и количественный	Основные принципы выбора метода хроматографического анализа. Определение способа детектирования при постановке конкретных задач анализа. Теоретическое обоснование рабочего режима хроматографа. Выбор способов идентификации вещества (выбор стандарта).

	анализ органических веществ	Методы количественного анализа.
13.	Определение состава модельных смесей методом газожидкостная хроматография	Создание последовательности метода анализа, предложенных смесей органических веществ. Приготовление растворов для калибровки. Построение калибровочной зависимости. Анализ зашифрованной пробы и интерпретация результатов.
14.	Определение состава модельных смесей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	Создание последовательности метода анализа, предложенных смесей органических веществ. Построение калибровочной зависимости. Анализ зашифрованной пробы и интерпретация результатов.
<b>Синхронный термический анализ с масс-спектрометрической индикацией продуктов реакций</b>		
15.	Основы термического анализа. Аппаратура для термического анализа	Области применения методов. Термогравиметрия (ТГ). Разрешение отдельных стадий потери масс. Дифференциальный термический анализ (ДТА). Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Аппаратура для термического анализа. Принципы выбора тиглей для термического анализа.
16.	Определение тепловых эффектов реакций, изменения массы модельных веществ (материалов)	Составление программы анализа модельных веществ (материалов). Получение кривых ТГ, ДТА и ДСК, масс-спектров выделяющихся газов для исследуемой системы. Обработка и интерпретация данных: расчеты потери массы с анализом состава отходящих газов, расчет тепловых эффектов.

### 3.3 Разделы дисциплины (модуля) и трудоемкости по видам учебных занятий

№	Тема (раздел) дисциплины	Виды учебных занятий, включая самостоятельную работу				
		Лекции	Практич. (семинар) задания	Лаборат. работы	Задания, курсовые работы	Самост. работа
1	Физические основы спектрального анализа веществ методами атомно-эмиссионной и рентгенофлуоресцентной спектроскопии	2	2			3
2	Назначение и возможности атомно-эмиссионного спектрального анализа	1	2			3
3	Устройство и принцип работы современных приборов для атомно-эмиссионного анализа	1	2			3
4	Подготовка проб для элементного анализа веществ и материалов методом атомно-эмиссионного спектрального анализа	2	2			3
5	Качественный и количественный	2	2			

	анализ веществ и материалов методом атомноэмиссионного спектрального анализа					
6	Назначение и возможности метода рентгенофлуорисцентного анализа. Устройство и принцип работы рентгенофлуоресцентных спектрометров	1	3			3
7	Подготовка проб для рентгенофлуоресцентного спектрометра	1	2			3
8	Элементный анализ твердых проб методом рентгенофлуоресцентного анализа	2	2			3
9	Качественный и количественный анализ углерода, водорода, азота и серы в твердых и вязких пробах	1	2			3
10	Основы хроматографического анализа. Общая характеристика хроматографических методов	2	2			3
11	Подготовка пробы для хроматографического анализа	1	2			3
12	Разработка методов хроматографического анализа. Качественный и количественный анализ органических веществ	2	2			3
13	Определение состава модельных смесей методом газо-жидкостная хроматография	1	2			3
14	Определение состава модельных смесей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	2	2			3
15	Основы термического анализа. Аппаратура для термического анализа	1	3			3
16	Определение тепловых эффектов реакций, изменения массы модельных веществ (материалов)	2	2			3
Итого часов		24	36	0	0	48
Общая трудоёмкость		108 час. 3 зач. ед.				

Программой дисциплины лабораторные занятия не предусмотрены.

#### **4. ОПИСАНИЕ МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ БАЗЫ, НЕОБХОДИМОЙ ДЛЯ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО ПРОЦЕССА ПО ДИСЦИПЛИНЕ (МОДУЛЮ)**

Учебная аудитория, оснащенная мультимедиа проектором и экраном.

На лекционных занятиях демонстрируются презентации с помощью мультимедийных технологий.



## 5. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

### *Основная литература*

1. Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – Москва: Мир АСТ, 2008. – 683 с.: ил. – Методы в химии. – Библиогр.: с. 658-661. – Предметный указатель: с. 662-673.

### *Дополнительная литература и Интернет-ресурсы*

1. Лотов В.А. Технология материалов на основе силикатных дисперсных систем / В. А. Лотов; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во ТПУ, 2006. – 192 с.: ил. – Учебники Томского политехнического университета. – Библиогр.: с. 190.
2. Грег С. Адсорбция, удельная поверхность, пористость: пер. с англ. / С. Грег, К. Синг. – 2-е изд. – Москва: Мир, 2011. – 310 с.: ил. – Библиогр. в конце глав. – Предм. указ.: с. 301-306.
3. Отто М. Современные методы аналитической химии: В 2 т.: Пер. с нем. / М. Отто. – Т. 1 – М.: Техносфера, 2003- 416 с.
4. Отто М. Современные методы аналитической химии: В 2 т.: Пер. с нем. / М. Отто. – Т. 2 – М.: Техносфера, 2004- 281 с.
5. Айвазов Б. В. Введение в хроматографию: учебное пособие / Б. В. Айвазов. – Москва: Высшая школа, 1983. – 240 с.: ил. – Высшее образование. – Библиогр.: с. 234-235.
6. Гольберт К.А. Введение в газовую хроматографию / К. А. Гольберт, М. С. Вигдергауз. – 3-е изд., перераб. и доп. – Москва: Химия, 1990. - 351.
7. Вудраф Д. Современные методы исследования поверхности: пер. с англ. / Д. Вудраф, Т. Дел- чар. - Москва: Мир, 1989. - 568 с.
8. Рентгенофлуоресцентный анализ / Академия наук СССР (АН СССР), Сибирское отделение (СО), Институт геохимии; под ред. Н. Ф. Лосева. – Новосибирск: Наука, 1991. – 173 с.: ил. – Библиогр.: с. 160-170.

## 6. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Для успешного освоения курса, помимо посещения лекций и семинаров, от аспирантов требуется самостоятельная работа в объёме не менее, чем те часы, которые указаны для каждого раздела программы. В основном, это время отводится на самостоятельное решение задач. Самостоятельные занятия включают в себя также повторение материала лекций.

Учебный процесс обеспечивается наличием следующего материально-технического оборудования:

- 1) кабинеты-аудитории, оснащенные компьютером с проектором, обычной доской, партами, кафедрами – для проведения лекционных и практических занятий;
- 2) библиотека с читальным залом, книжный фонд которой составляет специализированная методическая и учебная литература, журналы.