

Міністерство освіти і науки України

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

Кафедра хімічної метрології



**“ЗАТВЕРДЖУЮ”**

Декан хімічного факультету

Олег КАЛУГІН

“27” серпня 2024р.

### Робоча програма навчальної дисципліни

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

рівень вищої освіти: другий магістерський рівень

галузь знань: 10 природничі науки

спеціальність: 102 хімія

освітня програма: освітньо-професійна програма «Хімія», освітньо-наукова програма «Хімія»,

спеціалізація

вид дисципліни: за вибором

факультет: хімічний

2024/ 2025 навчальний рік

Програму рекомендовано до затвердження вченою радою хімічного факультету

“ 27 ” 08 2024 року, протокол № 7

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

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

Програму схвалено на засіданні кафедри хімічної метрології

Протокол від “26” серпня 2024 року № 1

Завідувач кафедри хімічної метрології



(підпис)

**Олег ЮРЧЕНКО**

(прізвище та ініціали)

Програму погоджено з гарантом освітньо-професійної програми «Хімія»

Гарант освітньо-професійної програми «Хімія»



(підпис)

**Андрій ДОРОШЕНКО**

(прізвище та ініціали)

Програму погоджено з гарантом освітньо-наукової програми «Хімія»

Гарант освітньо-наукової програми «Хімія»



(підпис)

**Микола МЧЕДЛОВ-ПЕТРОСЯН**

(прізвище та ініціали)

Програму погоджено науково-методичною комісією  
хімічного факультету

Протокол від “26” 08 2024 року № 1

Голова науково-методичної комісії хімічного факультету



**Павло ЄФІМОВ**

## ВСТУП

Програма навчальної дисципліни «Атомно-емісійна спектrometerія з індуктивно-зв'язаною плазмою та рентгенофлуоресцентний аналіз» складена відповідно до освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми підготовки магістра хімії; рівня вищої освіти: другий магістерський рівень, спеціальності 102 хімія

### 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.

*1.2.1. Формування наступних загальних компетентностей:*

1. Знання та розуміння предметної області та розуміння професійної діяльності.
2. Здатність вчитися і оволодівати сучасними знаннями.
3. Здатність до абстрактного мислення, аналізу та синтезу.
4. Здатність застосовувати знання у практичних ситуаціях.
5. Здатність до адаптації та дії в новій ситуації.
6. Здатність генерувати нові ідеї (креативність).
7. Здатність використовувати інформаційні та комунікаційні технології.
8. Здатність оцінювати та забезпечувати якість виконуваних робіт.
9. Здатність спілкуватися з представниками інших професійних груп різного рівня (з експертами з інших галузей знань/видів економічної діяльності).
10. Здатність спілкуватися англійською та (за можливості) іншою іноземною мовою, як усно, так і письмово.
11. Здатність діяти на основі етичних міркувань (мотивів).
12. Здатність працювати автономно.
13. Здатність до активного збереження довкілля.
14. Здатність до пошуку, критичного аналізу та обробки інформації з різних джерел.

*1.2.2. Формування наступних фахових компетентностей:*

1. Здатність використовувати закони, теорії та концепції хімії у поєднанні із відповідними математичними інструментами для опису природних явищ.
2. Здатність будувати адекватні моделі хімічних явищ, досліджувати їх для отримання нових висновків та поглиблення розуміння природи, в тому числі з використанням методів молекулярного, математичного і комп'ютерного моделювання.
3. Здатність організовувати, планувати та реалізовувати хімічний експеримент.
4. Здатність інтерпретувати, об'єктивно оцінювати і презентувати результати свого дослідження.
5. Здатність застосовувати методи комп'ютерного моделювання для вирішення наукових, хіміко-технологічних проблем та проблем хімічного матеріалознавства.
6. Здатність здобувати нові знання в галузі хімії та інтегрувати їх із уже наявними.
7. Здатність дотримуватися етичних стандартів досліджень і професійної діяльності в галузі хімії (академічна доброчесність, ризики для людей і довкілля тощо).
8. Здатність проводити хімічний аналіз і контролю якість об'єктів довкілля.

1.3. Кількість кредитів 5

1.4. Загальна кількість годин 150

1.5. Характеристика навчальної дисципліни	
Нормативна / <u>за вибором</u>	
Денна форма навчання	Заочна (дистанційна) форма навчання
Рік підготовки	
1-й	1-й
Семестр	
1-й	1-й
Лекції	
16 год.	6 год.
Практичні, семінарські заняття	
год.	год.
Лабораторні заняття	
32 год.	8 год.
Самостійна робота	
102 год.	134 год.
Індивідуальні завдання	
год.	

#### 1.6. Заплановані результати навчання

##### ОПП / ОНП

1. Знати та розуміти наукові концепції та сучасні теорії хімії, а також фундаментальні основи суміжних наук.
2. Глибоко розуміти основні факти, концепції, принципи і теорії, щостосуються предметної області, опанованої у ході магістерської програми, використовувати їх для розв'язання складних задач і проблем, а також проведення досліджень з відповідного напрямку хімії.
3. Застосовувати отримані знання і розуміння для вирішення нових якісних та кількісних задач хімії.
4. Синтезувати хімічні сполуки із заданими властивостями, аналізувати їх і оцінювати відповідність заданим вимогам.
5. Володіти методами комп'ютерного моделювання структури, параметрів і динаміки хімічних систем.
6. Знати методологію та організації наукового дослідження.
7. Вільно спілкуватися англійською та (за можливості) іншою іноземною мовою з професійних питань, усно і письмово презентувати результати досліджень з хімії іноземною мовою, брати участь в обговоренні проблем хімії.
8. Вміти ясно і однозначно донести результати власного дослідження до фахової аудиторії та/або нефакхівців.
9. Збирати, оцінювати та аналізувати дані, необхідні для розв'язання складних задач хімії, використовуючи відповідні методи та інструменти роботи з даними.
10. Планувати, організовувати та здійснювати експериментальні дослідження з хімії з використанням сучасного обладнання, грамотно обробляти їх результати та робити обґрунтовані висновки.

##### *Додатково для ОНП*

11. Аналізувати наукові проблеми та пропонувати їх вирішення на абстрактному рівні шляхом декомпозиції їх на складові, які можна дослідити окремо.

12. Інтерпретувати експериментально отримані дані та співвідносити їх з відповідними теоріями в хімії.

## **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 Бреґга-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.** Апаратурне забезпечення рентгенофлуоресцентного аналізу. Принципи роботи спектрометрів з хвильовою 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.** Апаратурне 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
<b>Розділ 1. Лекції</b>												
Тема 1	7	1				6	8	0,5				7
Тема 2	7	1				6	8	0,5				7
Тема 3	7	1				6	8,5	0,5				8
Тема 4	7	1				6	8,5	0,5				8
Тема 5	7	1				6	8	-				8
Тема 6	7	1				6	8,5	0,5				8
Тема 7	7	1				6	8,5	0,5				8
Тема 8	8	2				6	8	-				8
Тема 9	7	1				6	8,5	0,5				8
Тема 10	7	1				6	7,5	0,5				7
Тема 11	7	1				6	7	-				7
Тема 12	7	1				6	8	0,5				7
Тема 13	7	1				6	7,5	0,5				7
Тема 14	7	1				6	8,5	0,5				8
Тема 15	7	1				6	8	0,5				7
Разом за розділом 1	106	16				90	121	6				113
<b>Розділ 2. Лабораторні заняття</b>												
Тема 16	8			6		2	7,5			1		3
Тема 17	8			6		2	8,5			1		4
Тема 18	8			6		2	9			2		4
Тема 19	6			4		2	8,5			1		3
Тема 20	6			4		2	7,5			1		3
Тема 21	8			6		2	9			2		4
Разом за розділом 2	44			32		12	50			8		21
<b>Усього годин</b>	<b>150</b>	<b>16</b>		<b>32</b>		<b>102</b>	<b>148</b>	<b>6</b>		<b>8</b>		<b>134</b>

### 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
Тема 17	Якісний аналіз методами рентгенофлуоресцентної спектрометрії з хвильовою та енергетичною дисперсією	6	1
Тема 18	Аналіз металевих сплавів	6	2
Тема 19	Приготування багатоелементних стандартних розчинів.	4	1
Тема 20	Мікрохвильова підготовка проб	4	15
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. <i>Опрацювати [1, с. 11-18]</i>	6	7
2	Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Основні типи взаємодії рентгенівського випромінювання з речовиною. Дифракція на монокристалах. Закон Брегга-Вульфа. <i>Опрацювати [1, с. 19-24]</i>	6	7
3	Інтенсивність рентгенівської флуоресценції. Фактори, що впливають на інтенсивність рентгенівської флуоресценції. Матричні ефекти. Вплив гранулометричного складу і стану поверхні зразків на аналітичний сигнал. <i>Опрацювати [1, с. 38-43]</i>	6	8
4	Апаратне забезпечення рентгенофлуоресцентного аналізу. Принципи роботи спектрометрів з хвилевою та енергетичною дисперсією. <i>Опрацювати [1, с. 28-34]</i>	6	8
5	Різновиди рентгенофлуоресцентного аналізу. Спектрометри із вторинними мішенями, з повним внутрішнім відбиттям, поляризацією рентгенівського випромінювання. <i>Опрацювати [1, с. 37-38]</i>	6	8
6	Підготовка проб до рентгенофлуоресцентного аналізу. Пробопідготовка рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу. <i>Опрацювати [1, с. 97-108]</i>	6	8
7	Кількісний рентгенофлуоресцентний аналіз. Застосування зовнішніх і внутрішніх стандартів. Фізичні моделі та рівняння зв'язку в рентгенофлуоресцентному аналізі. <i>Опрацювати [1, с. 72-94]</i>	6	8
8	Практичні питання застосування рентгенофлуоресцентного аналізу. Основні джерела похибок та метрологічні характеристики методик рентгенофлуоресцентного аналізу. Приклади	6	8

	застосування рентгенофлуоресцентного аналізу. <i>Опрацювати [1, с. 115-146]</i>		
9	Фізичні основи методу. Історія розвитку. Формування аналітичного сигналу. Характеристики спектральних ліній. <i>Опрацювати [2, с. 9-15]</i>	6	8
10	Апаратурне забезпечення методу. Основні вузли спектрометрів та принципи їх роботи. <i>Опрацювати [2, с. 47-64]</i>	6	7
11	Аналітичні характеристики методу. Елементи, що виначаються методом ICP-AES. Лінійний динамічний діапазон, типові межі виявлення елементів. <i>Опрацювати [2, с. 23-24, 33-35]</i>	6	7
12	Фактори впливу на аналітичний сигнал. Спектральні та неспектральні впливи на аналітичний сигнал. Методи їх врахування та усунення. <i>Опрацювати [2, с. 35-41]</i>	6	7
13	Пробопідготовка для ICP-AES. Види проб, що аналізують. Методи переведення проб у розчин. Метод генерації гідридів. <i>Опрацювати [2 с. 35-41, 3-4]</i>	6	7
14	Кількісний аналіз методом ICP-AES. Побудова градувальних залежностей. Способи підвищення правильності аналізу. <i>Опрацювати [2 с. 35-41, 3-4]</i>	6	8
15	Галузь застосування ICP-AES. Приклади застосування методу. Нормативна документація <i>Опрацювати [2 с. 35-41, 3-4]</i>	6	7
16	Отримати практичні навички з пробопідготовки рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу. <i>Оформити лабораторний журнал</i>	2	3
17	Отримати практичні навички з якісного аналізу методом рентгенофлуоресцентної спектрометрії з енергетичною дисперсією. <i>Оформити лабораторний журнал</i>	2	4
18	Отримати практичні навички з кількісного аналізу металевих сплавів з методом рентгенофлуоресцентної спектрометрії з енергетичною дисперсією. <i>Оформити лабораторний журнал</i>	2	4
19	Отримати практичні навички з приготування багатоелементних стандартних розчинів за допомогою мікродозатору. <i>Оформити лабораторний журнал</i>	2	3
20	Отримати практичні навички з використання автоматизованої системи мікрохвильового розкладання проб. <i>Оформити лабораторний журнал</i>	2	3
21	Отримати практичні навички з багатоелементний аналіз водних розчинів методом ICP-AES. <i>Оформити лабораторний журнал</i>	2	4
	Разом	102	134



## 6. Індивідуальні завдання

Не передбачено

## 7. Методи контролю

Опитування, допуск до лабораторної роботи, екзамен. При проведенні екзамену в дистанційній формі використовуються технічні і програмні засоби, які дозволяють забезпечити аудіо- і відео- фіксацію (ZOOM).

## 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. Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis / за ред. H. W. Burkhard Beckhoff, habil. Birgit Kanngießner, Norbert Langhoff, Reiner Wedell. Springer Berlin Heidelberg, 2006. 863с.
2. Flock, Jörg, Michael Haller, and Michael Haschke. (2021) 2021. X-Ray Fluorescence Spectroscopy for Laboratory Applications. 1st ed. Wiley. <https://www.perlego.com/book/2086556/xray-fluorescence-spectroscopy-for-laboratory-applications-pdf>
3. Thompson, M., Walsh, J. N. A Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry.: Boston, MA: Springer US, 1989. 316с.
4. Dean, J. R. Practical inductively coupled plasma spectrometry. Wiley, 2019. 220с.

### Допоміжна література

1. Strelі С., 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.
2. 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.
3. 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.

4. Spolnik, Z., Belikov, K., Meel, K. Van, та ін. Optimization of measurement conditions of an energy dispersive X-ray fluorescence spectrometer with high-energy polarized beam excitation for analysis of aerosol filters. Applied Spectroscopy. 2005. Vol. 59, No. 12. С. 1465–1469.

**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](https://en.wikipedia.org/wiki/Inductively_coupled_plasma_atomic_emission_spectroscopy)

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