

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
**ИНСТИТУТ ХИМИИ**  
ДАЛЬНЕВОСТОЧНОГО ОТДЕЛЕНИЯ  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
(ИХ ДВО РАН)

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ИХ ДВО РАН

академик \_\_\_\_\_ В.И. Сергиенко

«\_\_» \_\_\_\_\_ 2015 г.

**ПРОГРАММА КУРСА**

**«ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА – ПРАКТИЧЕСКИЙ КУРС»**

Для аспирантов, проходящих обучение по направлению подготовки

**04.06.01 - Химические науки**

*Направленность* (профиль) подготовки 02.00.04 физическая

*Квалификация* (степень) выпускника: **Исследователь. Преподаватель-исследователь**

Форма обучения **очная**

Владивосток 2015 г.

## 1. Цели и задачи курса

Дисциплина «Физико-химические методы анализа – практический курс» предназначена для обучения аспирантов основам оптических, хроматографических и рентгенофлуоресцентных методов анализа и исследования вещества. Цель курса - дать слушателям достаточно полное представление о современных возможностях физико-химических методов для качественного и количественного анализа веществ и их смесей, приборной базы современных методов исследования. Заложить основы для дальнейшего самостоятельного совершенствования мастерства в проведении исследований и корректной обработки полученных результатов.

## 2. Требования к уровню усвоения содержания курса

Аспиранты, завершившие изучение данной дисциплины, должны:

### **Иметь представление:**

- об основных физических законах, лежащих в основе взаимодействия света с веществом;
- о принципах качественного и количественного хроматографического анализа;
- об особенностях применения тех или иных хроматографических методов в зависимости от природы и состава образца;
- об основах физики рентгеновского излучения;
- о современных инструментальных методах рентгенофлуоресцентного анализа.

### **Знать:**

- базовую терминологию, относящуюся к метрологии химического анализа, молекулярной спектроскопии, хроматографии и капиллярному электрофорезу, рентгенофлуоресцентной спектрометрии;
- основные модули, принцип их работы и назначение для приборов, применяемых в изучаемых методах;
- возможности и ограничения изучаемых методов и методик;

### **Уметь:**

- проводить необходимую пробоподготовку образца для анализа;
- работать на спектрофотометре, жидкостном хроматографе и рентгенофлуоресцентном спектрометре под руководством оператора,

- интерпретировать данные УФ-, видимых-, ИК-спектров и спектров люминесценции, данные хроматограмм и масс-спектров, определять качественный и количественный состав вещества на основе характеристических линий элементов в рентгенофлуоресцентном спектре;
- проводить статистическую (метрологическую) обработку результатов количественного химического анализа.

### **3. Объем дисциплины и виды учебной работы**

Изучение дисциплины «**Физико-химические методы анализа – практический курс**» построено на базе лекций и практических занятий (семинаров). В целом курс занимает 72 академических часа. В лекционном цикле (14 академических часов) изучается базовая терминология, физические и физико-химические основы методов, а также основные возможности применения инструментальных методов, их метрологические характеристики, устройство и назначение основных модулей.

Цикл практических занятий (22 академических часа) включает в себя обучение слушателей корректному представлению результатов анализа в соответствии с метрологическими характеристиками методики; выбору наиболее подходящего метода хроматографического анализа в зависимости от предполагаемого состава изучаемого образца, знакомство с устройством и работой хроматографического оборудования и получение базовых навыков работы на жидкостном хроматографе, обучение рентгенофлуоресцентному определению элементного состава образцов: выбору методик определения, подготовке проб к анализу, методам разложения анализируемых объектов, способам статистической обработки результатов определений. Занятия проводятся с использованием оборудования, имеющегося в лаборатории Молекулярного и элементного анализа Института химии ДВО РАН: спектрофотометра Shimadzu UV-1800, хроматографов Dionex ICS-5000, Shimadzu LC-20, системы капиллярного электрофореза Agilent CE, энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра Shimadzu EDX-800-HS, спектрометра следовых количеств TXRF-8030C, микроволнового реактора для разложения проб UltraClave Milestone. В процессе практических занятий слушателям будет предоставлена возможность провести элементный анализ собственных образцов.

### **4. Система контроля знаний**

Для контроля усвоения дисциплины учебным планом предусмотрено проведение зачета.

В качестве зачета предлагается:

1. Подобрать оптимальный метод разделения смеси на основании предварительных данных о ее составе (органические вещества, неорганические катионы и анионы). Выбрать хроматографический метод, способ детектирования предложить оптимальную подвижную и стационарную фазу для решения задачи.

2. Определить элементный состав аттестованного образца (ГСО или образца для контроля) методом энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа (ЭД РФА) и рентгенофлуоресцентного анализа с полным отражением РФА ПВО).

3. Рассчитать показатели точности и правильности определения (погрешность, предел повторяемости).

## **5. Содержание дисциплины**

### **5.1. Новизна курса**

Современный химический синтез и создание новых материалов не обходятся без качественного и количественного анализа полученных веществ и их смесей. Данный курс охватывает современные как хроматографические методы анализа, которые позволяют анализировать большой круг соединений как органической, так и неорганической природы, которые можно перевести в раствор, так и неразрушающий метод рентгенофлуоресцентного анализа, который позволяет одновременно определять элементный состав пробы (от С до U) и для которого фазовое состояние образца может быть и жидким, и твердым в виде порошка, сплава, монолитного образца. Важное место в курсе отведено изучению метрологических характеристик изучаемых методов и применению полученных знаний на практике. Практическая часть курса посвящена знакомству с возможностями оборудования, которое эксплуатируется в Институте химии ДВО РАН и получению базовых навыков работы на нем.

## 5.2. Тематический план курса (распределение часов)

	Наименование разделов	Количество часов			Всего
		Лекции	Практика (Семинары)	Самост. работа	
	Аналитические характеристики методик анализа, их статистическая оценка и контроль	2	2	4	8
	Оптические методы анализа	2	2	4	8
	Газо-жидкостная хроматография	4	4	8	16
	Высокоэффективная жидкостная хроматография	4	4	8	16
	Капиллярный электрофорез	2	2	4	8
	Рентгенофлуоресцентный анализ	4	4	8	16
	<b>Итого по курсу</b>	<b>18</b>	<b>18</b>	<b>36</b>	<b>72</b>

## 5.3. Содержание разделов

### 5.3.1 Аналитические характеристики методик анализа, их статистическая оценка и контроль

Рабочие характеристики методик анализа. Оценка воспроизводимости и правильности методики. Оценка чувствительности методики – предел обнаружения, предел определения. Экспрессность, производительность и информативность методик. Текущий контроль результатов анализа.

### 5.3.2 Оптические методы анализа

#### Молекулярная абсорбционная спектроскопия

Законы фотометрии. Основные величины, используемые в молекулярной абсорбционной спектроскопии. Источники немонахроматического излучения и фильтрация оптического излучения. Принципиальная схема спектрофотометра. Качественный и количественный анализ. Погрешности при измерении спектров поглощения и пропускания.

#### Люминесцентная спектроскопия

Физические основы методы и классификация различных видов люминесценции. Общая схема люминесцентных спектрофлуориметров. Качественный и количественный анализ.

## **Инфракрасная спектromетрия**

Физические основы метода. Основные элементы ИК-спектрометра. Техника приготовления образцов для анализа. Качественный и количественный анализ. Применение ИК-спектроскопии при исследовании полимеров.

### **5.3.3.Хроматографические методы анализа**

Физические основы и классификация хроматографических методов. Эффективность и селективность. Размывание пика. Методы пробоподготовки.

#### **Газо-жидкостная хроматография**

Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография. Неподвижные жидкие фазы и адсорбенты. Наполненные и капиллярные колонки. Аналитические возможности газо-адсорбционной и газо-жидкостной хроматографии. Идентификация компонентов анализируемой смеси (с использованием индексов удерживания, масс-спектрометрического и элементселективных детекторов, ИК-Фурье-спектроскопии). Количественный анализ в газовой хроматографии: метод абсолютной градуировки, метод внутренней нормализации, метод внутреннего стандарта (двойного внутреннего стандарта), метод добавок. Градуировка газовых хроматографов, поверочные газовые смеси. Достоинства и недостатки методов количественного анализа, границы их применения. Анализ примесей. Парофазный анализ. Аппаратура для газовой хроматографии. Метрологические основы хроматографических измерений. Погрешности измерений. Приемы повышения чувствительности хроматографических определений.

#### **Высокоэффективная жидкостная хроматография**

Классификация методов ВЭЖХ по механизму разделения: адсорбционная, распределительная, ионообменная и эксклюзионная хроматография. Устройство жидкостного хроматографа. Насосы, устройства для формирования градиента. Основные типы детекторов: спектрофотометрические, спектрофлуориметрический, кондуктометрический, рефрактометрический, по лазерному светорассеиванию. Колонки – основные виды стационарных фаз, прямая и обращено-фазовая хроматография. Выбор условий разделения в зависимости от природы образца. Сила растворителя, влияние рН, основные растворители, используемые в различных методах ВЭЖХ. Изократическая и градиентная элюция. Расчетные методы в ВЭЖХ («сухая» лаборатория). Основные программы для подбора условий разделения. Препаративная ВЭЖХ. Качественный и количественный анализ. Градуировка детектора. Метод внутреннего и внешнего стандарта. Основные

метрологические характеристики метода. Валидация и перенос метода. ВЭЖХ-МС. Основные типы масс-анализаторов: квадруполь, ионная-ловушка, времяпролетный (TOF). Тандемная масс-спектрометрия (MS-MS). Источники ионизации: ESI и APCI. Практические аспекты сопряжения жидкостного хроматографа и масс-спектрометрического детектора. Качественный и количественный анализ.

### **Капиллярный электрофорез**

Физические основы метода. Основные понятия и термины. Электроосмотический поток. Разновидности метода (капиллярный зональный электрофорез, мицеллярная электрокинетическая хроматография и капиллярная электрохроматография). Методы ввода образца. Основные типы детекторов. Методы прямого и косвенного детектирования. Капилляры, разновидности покрытий.

### **5.3.4 Рентгенофлуоресцентный анализ**

Основные свойства рентгеновского излучения. Спектральное распределение интенсивности характеристического излучения. Поглощение и рассеяние рентгеновского излучения. Флуоресцентное излучение. Рентгеновские трубки. Детекторы рентгеновского излучения: счетчик Гейгера-Мюллера, пропорциональный счетчик, сцинтилляционный счетчик, полупроводниковый детектор. Типы приборов по методу возбуждения и детектирования.

Отбор проб для анализа. Влияние качества поверхности излучателя на интенсивность флуоресценции. Подготовка проб к анализу (подготовка растворов, подготовка малых количеств вещества, подготовка порошковых материалов, подготовка металлов и сплавов). Методы разложения проб. Способы анализа образцов (прямой способ внешнего стандарта, способ разбавления проб нейтральной средой, способ градуировочной кривой, способ внутреннего стандарта). Применение рентгенофлуоресцентного анализа в химии, геологии, в цементной промышленности, в металлургии, в экологии, в анализе медико-биологических объектов.

### **Основная литература**

1. РМГ 61-2010 ГСИ Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методики оценки.
2. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. М.: БИНОМ, 2003, - 243 с.

3. Левшин Л.В. Салецкий А.М. Оптические методы исследования молекулярных систем. Ч. 1. Молекулярная спектроскопия. М.: Изд-во МГУ, 1994. - 320 с.
4. Гишон Ж., Гийемен К. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля. М.: Мир, 1991, - 582 с.
5. Сычев К.С. Практическое руководство по жидкостной хроматографии. М.: Техносфера, 2010, - 272 с.
6. Садек П. Растворители для ВЭЖХ. М.: Бином, 2006, - 704 с.
7. Snyder L.R., Kirkland J.J., Glajch J.L. Practical HPLC method development. NY: Wiley, 1997, - 765 p.

#### **Дополнительная литература**

1. Andrey R.E. Liquid chromatography-mass spectrometry: an introduction. NY: Wiley, 2003, - 276 p.
2. High performance capillary electrophoresis: a primer. Agilent technologies, 2010, - 174 p.
3. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального анализа. М: «Химия», 1982, - 207 с.
4. Дулов Е.Н., Ивойлов Н.Г. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. Конспект лекций. Казань: Изд-во Казанского государственного университета, 2008, - 51 с.
5. Knoekenkamper R. Total-Reflection X-Ray Fluorescence Analysis. J.Wiley&Sons, 1997, - 245 p.

Программу разработал к.х.н.

С.В. Суховерхов