



**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**  
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«ИРКУТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**  
(ФГБОУ ВО «ИГУ»)  
Факультет химический

**УТВЕРЖДАЮ**  
Декан химического факультета  
« 17 » 06 /Вильмс А.И.  
2019 г.

**Рабочая программа дисциплины**

Индекс дисциплины по УП: Б1.В.ДВ.1.2.

Наименование дисциплины: **Основы рентгеноспектрального анализа**

Направление подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре:  
**04.06.01 - Химические науки**

Направленность подготовки:  
**Аналитическая химия**

Форма обучения **очная / заочная**

Согласовано с УМК химического факультета

(протокол № 12 от « 17 » 06 2019 г.)

Председатель УМК Вильмс А.И. Вильмс А.И.

Иркутск 2019 г.

## Содержание

	Стр.
1 Цели и задачи дисциплины.	3
2 Место дисциплины в структуре ОПОП	3
3 Требования к результатам освоения дисциплины	3
4 Объем дисциплины и виды учебной работы	4
5 Содержание дисциплины.	5
5.1 Содержание разделов и тем дисциплины	5
5.2 Разделы дисциплины и междисциплинарные связи с последующими дисциплинами	6
5.3. Разделы и темы дисциплины и виды занятий	7
6 Перечень практических занятий	7
7 Примерная тематика курсовых проектов	-
8 Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины:	8
а) федеральные законы и нормативные документы;	
б) основная литература;	
в) дополнительная литература;	
г) программное обеспечение;	
д) базы данных, поисково-справочные и информационные системы	
9 Материально-техническое обеспечение дисциплины.	9
10 Образовательные технологии.	9
11 Оценочные средства. (ОС).	9

## 1. Цели и задачи дисциплины:

**ЦЕЛЬ** - Данный курс имеет своей целью расширить знания в области прогрессивных физических методов анализа, в частности, анализа вещества с помощью рентгеновских спектров. Наиболее широко используемым вариантом этого метода является рентгенофлуоресцентный, изучению которого будет уделено основное внимание.

**ЗАДАЧИ** – показать современное состояние рентгеноспектрального анализа, его аналитические возможности в сфере решения задач различного направления аналитической химии, включая изучение состава грунта непосредственно на Луне. Хорошо развитая теория метода позволяет некоторые этапы разработки методик анализа выполнять с помощью моделирования эксперимента на ЭВМ. При анализе гомогенных проб, даже при их широко переменном составе, можно ограничиться одним градуировочным образцом.

## 2. Место дисциплины в структуре ОПОП:

Дисциплина «Основы рентгеноспектрального анализа» является дисциплиной по выбору учебного плана (Б1.В.ДВ.1.2). Рентгеноспектральные методы анализа базируются на знании некоторых разделов физики и математики, общей и аналитической химии, методов математической статистики, включая математическое планирование эксперимента. Рентгеноспектральные методы анализа широко используются при контроле технологических процессов и сертификации готовой продукции, в геологии при поиске полезных ископаемых при контроле загрязнения окружающей среды и других задач аналитической химии, что указывает на потребность специалистов, владеющих этим методом.

## 3. Требования к результатам освоения дисциплины:

В процессе изучения дисциплины у выпускника должны быть сформированы следующие компетенции:

- УК-1- способностью к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях;
- ОПК-1- способностью самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий;
- ПК-1- уметь собирать и анализировать научную литературу с целью выбора направления исследования и самостоятельно составлять план исследования в рамках выбранного направления подготовки
  - ПК-2 -самостоятельно определять перечень необходимых инструментальных методов исследования, используемых при выполнении диссертационной работы по выбранному направлению подготовки; современные способы обработки и интерпретации получаемых результатов; представлять возможности и ограничения методов

В результате изучения дисциплины студент должен:

**Знать:** источники погрешностей, искажающие зависимость интенсивности аналитической линии элемента  $i$  от его содержания  $C_i$  в образце и способы анализа, учитывающие или устраняющие их влияние. иметь представление о серийной отечественной и зарубежной аппаратуре;

**Уметь:** систематизировать и обобщать полученные знания, грамотно и логично излагать теоретический материал по основным вопросам рентгеноспектральных методов анализа и дискутировать по ним; выбрать оптимальный способ изготовления излучателя и способ анализа с учётом физико-химических свойств пробы, требуемой экспрессности и точности результатов анализа.

**Владеть:** фундаментальными законами образования рентгеновских спектров и их взаимодействием с веществом, включая физическую природу избирательных эффектов поглощения и подвозбуждения.

### 3. Объем дисциплины и виды учебной работы

Вид учебной работы	Всего часов Очно/заочно		Курс очно/заочно			
	очн.	заочн.	1	2	3	4
<b>Аудиторные занятия (всего)</b>	36	24		36/24		
В том числе:	-				-	-
Лекции	18	12		18/12		
Практические занятия	18	12		18/12		
Контактная работа	36	24		36/24		
<b>Самостоятельная работа (всего)</b>	72	84		72/84		
Вид промежуточной аттестации - зачет с оценкой	+	+		+		
Общая трудоемкость:						
Часы	108	108		108		
зачетные единицы	3	3		3		

## 5. Содержание дисциплины

### 5.1. Содержание разделов и тем дисциплины

**Введение.** Методы рентгеноспектрального анализа: рентгенофлуоресцентный (РФА) с возбуждением спектра излучением рентгеновской трубки и синхротронным излучением; спектральный электронно-зондовый микроанализ; анализ с протонным возбуждением спектров; оже-спектроскопия; абсорбционный рентгеноспектральный анализ. Кратко условия использования перечисленных методов при решении задач аналитической химии.

#### *Тема 1. Основы физики рентгеновского излучения.*

Образование рентгеновского излучения. Спектральное распределение интенсивности характеристического и тормозного излучения рентгеновской трубки. Возбуждение спектров образца электронами и протонами. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом: поглощение и рассеяние квантов.

Интенсивность линий спектра флуоресценции, возбуждённого монохроматическим рентгеновским излучением и неоднородным первичным рентгеновским излучением. Эффекты взаимного влияния элементов и их физическая природа.

#### *Тема 2. Возможности электронно-зондового микроанализа (РСМА).*

Принцип метода. Блок-схема рентгеновского микроанализатора. Факторы, влияющие на величину аналитического сигнала в РСМА и способы их учета. Особенности подготовки градуировочных и анализируемых образцов к РСМА. Локальность метода. Задачи, решаемые с помощью РСМА.

### ***Тема 3. Аппаратура.***

Основные узлы рентгенофлуоресцентного спектрометра. Источники возбуждения. Методы разложения рентгеновского излучения в спектр. Детекторы. Типы спектрометров: энергодисперсионные и волновые; портативные и стационарные; сканирующие и многоканальные; спектрометры с геометрией полного внешнего отражения. Основные отечественные и зарубежные спектрометры; сопоставление их возможностей.

### ***Тема 4. Этапы анализа и источники погрешностей.***

Отбор проб для анализа: механическая и остаточная неоднородность материала. Микроабсорбционная неоднородность излучателя и его физическая природа.

### ***Тема 5. Подготовка проб к РФА.***

Подготовка жидких проб: анализ непосредственно жидких проб; преимущества и недостатки; приемы переведения жидкости в сухое состояние.

Подготовка порошковых материалов: измельчение и приемы прессования излучателей; сплавление проб с флюсом; состав флюса, условия сплавления, автоматические устройства для сплавления проб.

Подготовка металлов: приемы обработки поверхности металлов; эффекты микроабсорбционной неоднородности и приемы их устранения при приготовлении излучателей. Приготовление излучателей из материала ограниченной массы.

### ***Тема 6. Способы РФА.***

Способ прямого внешнего стандарта. Способ внутреннего стандарта. Способ добавок. Способ стандарта-фона. Уравнения связи и их классификация. Эмпирические уравнения связи; выбор оптимальных условий их градуирования; контроль корректирующих коэффициентов. Теоретические уравнения связи: способ фундаментальных параметров; способ теоретических поправок. Полуэмпирические уравнения связи (способ Йонха). Сопоставление уравнений связи. Обобщенный подход к разработке методик РФА для контроля химического состава сырья и продуктов производства.

### ***Тема 7. Анализ малых содержаний элементов.***

Спектральный состав фона в широком диапазоне длин волн; его зависимость от условий возбуждения спектра и химического состава проб. Способы учёта фона. Комбинированные методики анализа.

## **5.2 Разделы дисциплины и междисциплинарные связи с последующими дисциплинами**

Дисциплина является основой для выполнения квалификационных работ аспирантов, необходима в будущей практической деятельности.

### 5.3. Разделы и темы дисциплины и виды занятий

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетных ед., 108 часов

№ п/п	Наименование темы	Наименование раздела	Виды занятий в часах (очно/заочно)					Всего
			Лекц.	Практ. зан.	Семина	Лаб. зан.	СРС	
1.	Введение		2				2/2	4/2
2.	Основы физики рентгеновского излучения		4/2				10/10	14/12
3.	Возможности с электронно-зондового микроанализа (РСМА)		2/2	2			10/12	14/14
4.	Аппаратура РФА		2/2				8/12	10/14
5.	Этапы анализа и источники погрешностей		2/2				8/14	10/16
6.	Способы подготовки проб к РФА		2/2	4/2			10/14	16/18
7.	Способы анализа		2/1	8/8			14/14	24/23
8.	Анализ малых содержаний элемента		2/1	4/2			10/6	16/9
	Всего часов		18/12	18/12			72/84	108
	Зачет		+					

## 6. Перечень практических занятий

№ п/п	№ темы дисциплины	Наименование практических работ	Трудо-емкость (часы)	Оценочные средства	Формируемые компетенции
1.	Возможности электронно-зондового микроанализа (РСМА)	Визуальное знакомство со спектрометром РСМА (экскурсия в лаборатории НИИ СО РАН)	2	устное собеседование	ПК-1,2 ОПК-1
2.	Способы подготовки проб к РФА	Определение коэффициентов вариации ( $V_{\text{пп}}$ ), характеризующего подготовку жидких проб к РФА. Планирование эксперимента по схеме дисперсного анализа; сопоставление значений $V_{\text{пп}}$ для результатов РФА с помощью способов прямого и внутреннего стандартов.	4/2	Коллоквиум. устное собеседование	УК-1, ПК-2
3.	Способы анализа	Рентгенофлуоресцентное определение стронция в горных породах способом стандарта-фона. Расчет оценок повторяемости и предела повторяемости.  РФА сталей с помощью уравнений связи.	4/8	Коллоквиумы, устное собеседование	ПК-2
4.	Анализ малых содержаний элементов	Сопоставление значений пределов обнаружения $Z_n$ в почвах для двух методик РФА: с определением интенсивности фона ( $I_\phi$ ) для каждой пробы и определение $I_\phi$ с помощью холостой пробы.	2/2	отчеты о выполнении практических работ.	ПК-1,2
5.			12/12		

7. Курсовые работы – не предусмотрены



## 8. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины:

### Литература

#### Основная:

1. Павлинский Г. В. Рентгеновская флуоресценция / Г. В. Павлинский ; рец.: Н. М. Буднев, А. Л. Финкельштейн ; Иркутский гос. ун-т, Физ. фак. - Иркутск : Изд-во ИГУ, 2013. - 85 с. ; 20 см. - Библиогр.: с. 80-85. - ISBN 978-5-9624-0895-8 : 16 экз
2. Павлинский Г. В. Рентгеновская флуоресценция [Электронный ресурс] / Г. В. Павлинский. - ЭВК. - Иркутск : Изд-во ИГУ, 2013. - Режим доступа: ЭЧЗ "Библиотех". - Неогранич. доступ. - ISBN 978-5-9624-0895-8
3. Бахтияров А. В. Рентгенофлуоресцентный анализ минерального сырья / А. В. Бахтияров, С. К. Савельев ; С.-Петерб. гос. ун-т. - СПб. : Изд-во СПбГУ, 2014. - 132 с : ил. ; 20 см. - (Аналитическая химия). - Библиогр.: с. 127-130. - ISBN 978-5-288-05581-2 : 10 экз

#### Дополнительная

1. Рентгеноспектральный электронно-зондовый микроанализ природных объектов / СО РАН, Ин-т геохимии им. А. П. Виноградова ; Отв. ред. А. Г. Ревенко. - Новосибирск : Наука, 2000. - 219 с. : ил. ; 23 см. - ISBN 5020315338 - 1 экз
2. Смагунова А. Н., Молчанова Е. И. Рентгенофлуоресцентный анализ многокомпонентных проб с помощью уравнений связи. - Иркутск: Изд-во Иркутского гос-унта, 2011. - 44 с. - 40 экз.
3. Лосев Н. Ф. Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. - М.: Наука, 1969. - 336 с.
4. Блохин М. А., Швейцер И. Г. Рентгеноспектральный справочник. - М.: Наука, 1982. - 376 с.
5. Лосев Н. Ф., Смагунова А. Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. - М.: Химия, 1982. - 208 с.
6. Ревенко А. Г. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ природных материалов. - Новосибирск: Наука, 1994. - 264 с.
7. Афонин В. П., Гуничева Т. Н., Пискунова Л. Ф. Рентгенофлуоресцентный спектральный анализ. - Новосибирск: Наука, 1984. - 227 с.
8. Афонин В. П., Гуничева Т. Н. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ горных пород и минералов. - Новосибирск: Наука, 1977. - 253 с.

## 9. Материально-техническое обеспечение дисциплины:

Материалы: атласы спектров

Оборудование:

№ п/п	Наименование	Количество
1.	Спектрометр VRA-20 (фирма К. Цейс; Германия)	1
2.	Спектрометр VRA-30 (фирма К. Цейс; Германия)	1
3.	Спектрометр МАКС-GV (фирма «Спектроскан»; Россия)	1
4.	Комплект ГСО сталей	1
5.	Комплект ГСО почв	1
6.	Компьютеры	2

## 10. Образовательные технологии:

Реализация компетентного подхода в подготовке специалиста предусматривает наряду с **аудиторной деятельностью** студента и преподавателя (лекции, лабораторные занятия), написание отчетов, рефератов, докладов, их изложение, обсуждение с использованием компьютерных технологий, предусматривает работу с электронной библиотекой - знакомство с современным состоянием проблемы, ее представление как отечественными, так и зарубежными исследователями.

## 11. Оценочные средства (ОС):

Оценочные средства текущего контроля:

Коллоквиумы, устное собеседование, отчеты о выполнении практических работ.

### Оценочные средства для промежуточной аттестации

Оценочные средства для промежуточной аттестации – зачет с оценкой.

Промежуточная аттестация (*зачет*) может проводиться в форме устного собеседования или в виде тестовых заданий с открытыми вопросами.

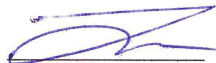
## Перечень примерных контрольных вопросов и заданий для зачета:

1. Области применения рентгеновского излучения для анализа вещества. Методы рентгеноспектрального анализа и задачи аналитической химии, решаемые с их помощью.
2. Основные свойства и характеристики рентгеновских лучей (область энергии, проникающая способность). Характеристический и тормозной рентгеновский спектр.
3. Систематика характеристических линий рентгеновского спектра. Правила отбора для диаграммных линий, сателлиты линий. Описание переходов в модели атома Бора, сопровождающихся излучением линий рентгеновского спектра. Закон Мозли.
4. Закон ослабления потока рентгеновского излучения в веществе Бугера-Ламберта-Бэра. Атомный, массовый и линейный коэффициенты ослабления рентгеновского излучения.
5. Фотоэффект на внутренних оболочках атома (поглощение рентгеновского излучения). Когерентное и некогерентное рассеяние рентгеновского излучения.
6. Рентгеновская флуоресценция. Радиационные и безрадиационные переходы в атоме. Выход флуоресценции. Интенсивность линий спектра рентгеновской флуоресценции, возбужденного в массивном образце.

7. Зависимость интенсивности рентгеновской флуоресценции от химического состава образца. Зависимость интенсивности флуоресценции от толщины и массы анализируемого образца.
8. Детекторы рентгеновского излучения: сцинтилляционные детекторы, газонаполненные пропорциональные детекторы, полупроводниковые детекторы (принципы работы, области применения, энергетическое разрешение).
9. Схема и основные аппаратные компоненты кристалл-дифракционного рентгенофлуоресцентного спектрометра. Многоканальные и сканирующие кристалл-дифракционные спектрометры.
10. Источники возбуждения рентгеновской флуоресценции: рентгеновские трубки; радиоизотопные источники, синхротронное излучение.
11. Схема и основные аппаратные компоненты энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра. Энергетическое разрешение и эффективность полупроводниковых детекторов.
12. Рентгенофлуоресцентные спектрометры с полным внешним отражением. Области применения.
13. Эффект микроабсорбционной неоднородности при рентгенофлуоресцентном анализе. Характеристика порошковых образцов «тонкого», «грубого» помола по отношению к рентгеновскому излучению.
14. Приёмы учёта, устранения или уменьшения влияния микроабсорбционной неоднородности излучателя на результаты РФА.
15. Компоненты фона в коротковолновой и длинноволновой областях рентгеновского флуоресцентного спектрометра. Оценка статистической погрешности счёта при определении малых концентраций элементов и предела обнаружения.
16. Способы анализа: способ внешнего стандарта, способ внутреннего стандарта, способ стандарта – фона.
17. Эмпирические уравнения связи для учета влияния состава матрицы на аналитический сигнал при РФА. Преимущества и ограничения.
18. Уравнения связи, основанные на теоретических расчетах влияния состава матрицы на аналитический сигнал при РФА. Преимущества и ограничения.
19. Подготовка проб к РФА. Препарирование порошковых материалов. Препарирование металлов и сплавов. Препарирование растворов и суспензий. Отбор проб. Представительная навеска, ее зависимость от химического состава образца, размера его частиц.
20. Рентгенофлуоресцентный анализ силикатных горных пород. Гомогенизация образцов сплавлением с флюсами. Особенности определения легких элементов ( $Z < 20$ ).
21. Рентгеновские спектры и химическая связь. Параметры рентгеновских спектров, подверженные влиянию химической связи (химический сдвиг, форма и интенсивность диаграммных линий рентгеновского спектра).
22. Влияние химической связи на спектры поглощения рентгеновского излучения. Тонкая структура спектров поглощения (спектры XANES и EXAFS).

Программу составила профессор кафедры аналитической химии химического факультета ИГУ,

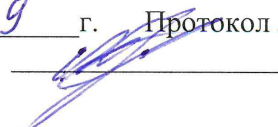
д-р технич. наук, профессор



А.Л. Финкельштейн

Программа рассмотрена на заседании кафедры аналитической химии

«11» июня 2019 г. Протокол № 8

Зав. кафедрой, профессор  А.Г. Пройдаков