

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет



УТВЕРЖДАЮ:

И.о. декана химического факультета
А.С. Князев

«16» августа 2022 г.

Рабочая программа дисциплины

Спектроскопические методы

по направлению подготовки

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

«Химические и физические методы исследований в экологической и криминалистической экспертизе»

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2022

Код дисциплины в учебном плане: Б1.О.В.ДВ.01.03

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

К.А. Дылко

Председатель УМК

В.В. Хасанов

Томск – 2022

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

– ПК-2. Способен к решению профессиональных производственных задач.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

ИПК-1.2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

ИПК-1.3. Использует современное физико-химическое оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках, применяя взаимодополняющие методы исследования.

ИПК-2.1. Анализирует имеющиеся нормативные документы по системам стандартизации, разработки и производству химической продукции и предлагает технические средства для решения поставленных задач.

ИПК-2.2. Производит оценку применимости стандартных и/или предложенных в результате НИР технологических решений на применимость с учетом специфики изучаемых процессов.

2. Задачи освоения дисциплины

– Освоить теоретические основы спектроскопических методов анализа, познакомиться с особенностями объектов экспертизы, характером решаемых вопросов.

– Владеть стратегией применения спектроскопических методов к элементному анализу различных объектов криминалистической экспертизы для выявления общих или индивидуальных признаков.

3. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к Блоку 1 «Дисциплина (модули) по выбору 1 (ДВ.1)».

Дисциплина относится к обязательной части образовательной программы. Дисциплина входит в модуль Дисциплины (модули) по выбору 1 (ДВ.1).

4. Семестр(ы) освоения и форма(ы) промежуточной аттестации по дисциплине

Третий семестр, экзамен

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по дисциплинам обязательной части профессионального блока (неорганическая, аналитическая, органическая, физическая химия), а также с дисциплинами обязательной части общепрофессионального блока – физика и строение вещества.

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 з.е., 108 часов, из которых:

-лекции: 12 ч.

-практические занятия: 20 ч.

в том числе практическая подготовка: 20 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины, структурированное по темам

Тема 1. Введение.

Электромагнитное излучение, его виды, взаимодействие с веществом. Классификация спектроскопических методов анализа. Природа сплошного полосатого и линейчатого спектров. Аппаратура для оптической спектроскопии: источники излучения, монохроматоры, их дисперсия и разрешающая способность, Приемники излучения, оптические материалы.

Тема 2. Методы молекулярной спектроскопии.

Молекулярная абсорбционная спектроскопия в УФ и видимой области.

Электронные переходы в молекуле с участием σ -, π - и n -электронов, электронные переходы с переносом заряда, $d-d$ и $f-f$ переходы. Общая характеристика метода, его возможности. Основной закон поглощения электромагнитного излучения. Причины отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера. Физико-химические условия образования фотометрируемых форм. Аппаратура и техника измерения величин, характеризующих светопоглощение. Методы количественного анализа. Особенности фотометрического определения органических соединений. Отражательная спектроскопия. Зеркальное и диффузное отражение. Применение методов для криминалистического исследования различных объектов.

Люминесцентный анализ. Понятие и виды люминесценции. Механизмы возникновения флуоресценции и фосфоресценции. Основные закономерности молекулярной люминесценции (закон Стокса-Ломмеля, правила Каши и Левшина). Выход люминесценции, закон Вавилова. Тушение люминесценции: концентрационное, температурное, посторонними веществами. Способы повышения селективности без процедуры разделения. Аппаратура, техника получения и фотографирования видимой люминесценции. Примеры практического применения метода в судебно-медицинской экспертизе, в исследовании вещественных доказательств на наличие биосубстратов, хлорофилла, смазочных материалов, невидимых глазом надписей, примесей, не характерных для данного объекта, для дифференциации стекол, резин, каучуков и др. материалов.

Тема 3. Методы атомной спектроскопии.

Метод атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС). Линейчатая структура атомных спектров, связь характера спектра со строением электронных оболочек атома. Интенсивность атомных спектральных линий, зависимость от температуры, концентрации (самопоглощение, самообращение) и энергии возбуждения. Основы количественного анализа, уравнение Ломакина-Шайбе. Источники возбуждения эмиссионных спектров: электротермические (дуга, искра), плазменные, полый катод, лазер. Лазерный пробоотбор с дополнительным возбуждением факела поперечным искровым разрядом. Лазерный микроспектральный анализ. Аппаратура и техника регистрации эмиссионных спектров с помощью многоканального анализатора (массив фотодиодов на кремниевых кристаллах). Программный комплекс «Атом». Проведение качественного и количественного спектрального анализа. Задачи, решаемые с применением метода АЭС. Подготовка исследуемой пробы к анализу в зависимости от решаемой задачи.

Метод атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Условия поглощения излучения свободными атомами в газовой фазе, основной закон светопоглощения. Оптическая плотность и пропускание, их связь. Основные узлы атомно-абсорбционной установки. Источники атомизации и возбуждения. Техника измерения на атомно-абсорбционном спектрометре SOLAAR. Задачи, решаемые с применением метода ААС.

Атомно-флуоресцентный анализ (АФА). Понятие, основные закономерности и спектр атомной флуоресценции. Зависимость интенсивности флуоресценции от интенсивности возбуждающего источника света. Источники атомизации и возбуждения. Лазерный атомно-флуоресцентный анализ. Применение метода АФА.

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФЛА). Механизм электронного возбуждения в рентгеновской спектроскопии, особенности рентгеновского спектра. Устройство рентгеновского спектрометра. Источник излучения (рентгеновская трубка), диспергирующее устройство (кристалл-анализатор), детекторы (газовый ионизационный, сцинтилляционный, полупроводниковый). Рентгенофлуоресцентный спектрометр с энергетической дисперсией. Практическое применение метода РФЛА.

Тема 4. Криминалистическое исследование материалов, веществ, изделий.

Криминалистическое исследование стекла. Типы стекол и стеклообразующих материалов. Комплексный характер исследования. Химический состав стекол, родовые, групповые признаки и признаки узкой групповой принадлежности. Отбор проб и подготовка к анализу методом АЭС, интерпретация результатов.

Криминалистическое исследование сложных многокомпонентных систем (почвы, растительные образцы, лакокрасочные материалы, лакокрасочные покрытия, товарные нефтепродукты и т.д.). Комплексный характер исследования. Элементный состав неорганической части объектов. Отбор проб и подготовка к анализу спектроскопическими методами.

Исследование следов металлизации. Экспертиза огнестрельных повреждений (правила отбора проб, методики установления факта выстрела, вида снаряда, дифференциации входного и выходного отверстий, определения дистанции выстрела, обнаружения продуктов выстрела на руке стрелявшего. Экспертиза повреждений колюще-режущими орудиями, анализ электрометки.

Исследование изделий из металлов. Основные задачи экспертизы, объекты исследования. Экспертиза легкоплавких металлов и сплавов, чугунов и сталей, цветных и благородных металлов. Исследование металлических покрытий.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, тестов по лекционному материалу, выполнения практических заданий по темам с последующей защитой их в группе и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Экзамен в третьем семестре проводится в устной форме обсуждения заданий экзаменационного билета. Экзаменационный билет состоит из трех частей. Структура экзаменационного билета соответствует компетентностной структуре дисциплины. Время подготовки 1,5 часа.

Первая часть экзаменационного билета представляет собой тест из 5 вопросов, проверяющих ИПК-1.2., ИПК-1.3. Ответы на вопросы первой части даются путем выбора из списка предложенных.

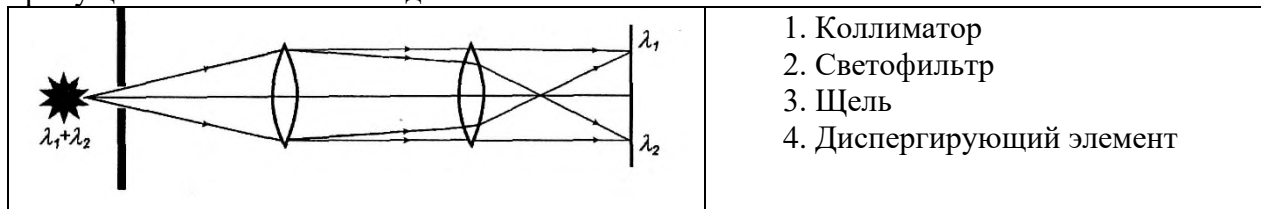
Вторая часть содержит один вопрос, проверяющий ИПК-2.2. Ответ на вопрос второй части дается в развернутой форме.

Третья часть содержит один вопрос, проверяющий ИПК-1.1, ИПК-1.3, ИПК-2.1, ИПК-2.2 оформленный в виде практической задачи. Ответ на вопрос третьей части предполагает составление плана решения задачи и краткую интерпретацию полученных результатов.

Пример экзаменационного билета.

Часть 1.

- Источники атомизации, используемые в методе атомно-абсорбционного анализа
 1. Безэлектродная газоразрядная лампа
 2. Пламя
 3. Излучение лазера
 4. Лампа с полым катодом
 5. Дуговой разряд
- Оптимальными условиями фотометрического определения являются:
 - 1) ... малая прочность комплекса определяемого элемента
 - 2) ... минимальное отклонение от закона Бугера-Ламберта-Бера
 - 3) ... очень низкие значения оптической плотности
 - 4) ... оптическая плотность в диапазоне 0,1–1,2
- На предельно упрощенной оптической схеме прибора для атомно-эмиссионного анализа пропущен абсолютно необходимый элемент ...



- Физическое явление, на котором основан метод молекулярной абсорбционной спектроскопии:
 1. Рассеяние света
 2. Излучение света
 3. Поглощение света
 4. Отражение света
- Электромагнитное излучение с длиной волны $6 \cdot 10^{-5}$ см относится к:
 1. Видимой области спектра
 2. УФ- области спектра
 3. К ИК-области спектра
 4. К МВ-излучению.

Часть 2.

Установление принадлежности исследуемого образца почвы к общей массе материала на основании исследования его элементного состава. Какие образцы должен иметь криминалист-химик для решения этой задачи. Какой из методов (ПФ, АЭС, ААС, СФ) наиболее предпочтителен? Выберите оптимальный способ подготовки проб.

Часть 3.

Для проверки факта выстрела из автоматического оружия кожный покров руки подозреваемого смочили водно-спиртовым раствором. Ватными тампонами одинаковой массы (предварительно проверенными на отсутствие Sb, Cu, Sn и Pb) тщательно обработали руку. Получили следующие пробы: 1, 2 – пробы с внешней стороны кисти (в области указательного и большого пальцев вплоть до кистевого сустава), 3, 4 – пробы с внутренней, ладонной поверхности рук; 5, 6 – контрольные пробы ватных тампонов с водно-спиртовым раствором для смачивания.

- а) Какой метод вы будете использовать для исследования ватных тампонов?
- б) Как подготовите пробы для анализа?
- в) Какой сделаете выводы, если весь комплекс элементов обнаружите во всех пробах, если в пробах 1,2 – комплекс элементов есть, а в пробах 3, 4 – нет?

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Результаты промежуточной аттестации учитывают результаты текущего контроля (выполнение индивидуального практического задания и его защиту, проверяющих ИПК 1.3). Цель выполнения практического задания – освоение магистрантом основных этапов методологической деятельности при криминалистическом исследовании сложных реальных объектов. Зная сущность и теоретические основы спектроскопических методов идентификации и количественного определения веществ, особенности объектов экспертизы, характер решаемых экспертом вопросов, магистрант должен осуществлять выбор варианта спектроскопического метода и применить его на практике для выявления тех или иных признаков исследуемых объектов, сформулировать выводы. Защищают индивидуальное задание в студенческой группе в форме конференции с презентацией доклада.

№ п/п	Темы практических индивидуальных заданий
1	Исследование следов металлизации. Экспертиза огнестрельных повреждений колюще-режущими орудиями, анализ электроматки.
2	Комплексный характер криминалистического исследования сложных многокомпонентных систем (почвы, растительные образцы, лакокрасочные материалы, лакокрасочные покрытия, товарные нефтепродукты и т.д.). Отбор проб и подготовка их к анализу спектроскопическими методами.
3	Исследование изделий из металлов. Основные задачи экспертизы, объекты исследования. Экспертиза легкоплавких металлов и сплавов, чугунов и сталей, цветных и благородных металлов.
4	Установление принадлежности исследуемого образца к общей массе материала на основании исследования элементного состава (почвы, сплавы, растения)
5	Криминалистическое исследование стекла. Типы стекол и стеклообразующих материалов. Комплексный характер исследования. Химический состав стекол, родовые, групповые признаки и признаки узкой групповой принадлежности. Отбор проб и подготовка к анализу методом АЭС, интерпретация результатов.

При оценке выполнения практического ИЗ и его защиты принимается во внимание наличие и полнота следующих разделов:

1. Характеристика объекта исследования (5 б.).
2. Категории уголовных дел, в которых эти объекты фигурируют (5 б.)
3. Структура криминалистического исследования данного объекта (5 б.).
4. Вопросы, которые могут быть решены путем исследования элементного состава объекта спектроскопическими методами (5 б.)
5. Выбор предпочтительного спектроскопического метода, его сущность (5 б.).
6. Способы отбора проб и подготовки к анализу выбранным методом (5 б.).
7. Проведение исследования реального объекта (15 б.).
8. Анализ результатов исследования. Выводы (5 б.).
9. Доклад с презентацией (10 б.)

Максимальное количество баллов –60.

Шкала оценивания практического индивидуального задания и уровня сформированности компетенций

Количество баллов	< 34	35–44	45–54	55–60
Вывод о	Не	Частично	Фрагментарно	Полностью

сформированности компетенций	сформирована	сформирована	сформирована	сформирована
Решение	Не допускается к экзамену	Допускается к экзамену		

11. Учебно-методическое обеспечение

- а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=22086>
- б) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.
- в) План практических занятий по дисциплине.
- г) Методические указания по проведению лабораторных работ.
- д) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

- а) основная литература:
- Жуков А.Ф. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа (электронный ресурс) / А.Ф. Жуков [и др.]; под ред. О.М. Петрухина. 2016. <http://sun.tsu.ru/limit/2016/000385853/000385853.djvu>
 - Васильева В. И. Спектральные методы анализа: практическое руководство / В. И. Васильева, О. Ф. Стоянова, И. В. Шкутина и др.; под ред. В. Ф. Селеменова, В. Н. Семенова. Санкт-Петербург [и др.]: Лань, 2014. – 412 с.
 - Ганеев А. А. Атомно-абсорбционный анализ: учебное пособие / А. А. Ганеев, С. Е. Шолупов, А. А. Пупышев и др. Санкт-Петербург [и др.]: Лань, 2011, – 303 с.
 - Ельяшевич М. А. Атомная и молекулярная спектроскопия. [Ч. 1] / М. А. Ельяшевич. М. : ЛИБРОКОМ, 2012. – 236 с.
 - Ельяшевич М. А. Атомная и молекулярная спектроскопия. [Ч. 2] / М. А. Ельяшевич. М. : ЛИБРОКОМ, 2012. – 415 с.
 - Ельяшевич М. А. Атомная и молекулярная спектроскопия. [Ч. 3] / М. А. Ельяшевич. М. : ЛИБРОКОМ, 2012. – 527 с.
 - Беккер Ю. Спектроскопия / Ю. Беккер. – М. : Техносфера, 2009, – 528 с.
 - Пентин Ю. А. Основы молекулярной спектроскопии / Ю. А. Пентин, Г. М. Курамшина. М. : Лаборатория знаний, 2008. – 398 с.
 - Отмахов В. И., Петрова Е. В. Метод дуговой атомной спектрометрии с многоканальным анализатором эмиссионных спектров (Учебно-метод. пособие). Томск: РИО ТГУ. 2014. – 75 с.
 - Митричев В. С. Основы криминалистического исследования материалов, веществ и изделий из них / В. С. Митричев, В. Н. Хрусталева. Саратовский юридический институт МВД России. Санкт-Петербург: Питер, 2003. – 390 с.
- б) дополнительная литература:
- Нечипоренко А. П., Орехова С. М., Плотникова Л. В. и др. Специализированный практикум по физико-химическим методам анализа. – РЦА. Часть 2. Санкт-Петербург: Университет ИТМО, 2016. – 181 с. <http://sun.tsu.ru/limit/2017/000565466/000565466.pdf>
 - Пупышев А. А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ / А. А. Пупышев. – М. : Техносфера, 2009. – 784 с.
 - Шелковников В. В., Баталова В. Н., Киселева М. А., Отмахов В. И. и др. Физико-химические методы анализа. Учебно-методический комплекс. Томск, ТГУ. 2011. <http://edu.tsu.ru/eor/resource/557/tpl/index.html> из сети ТГУ.

– Парамонова Л. Ф. Криминалистическая экспертиза специальных химических веществ / Л. Ф. Парамонова. М. : Юрлитинформ, 2013. – 268 с

в) ресурсы сети Интернет:

– открытые онлайн-курсы

– Жуков А.Ф. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа (электронный ресурс) / А.Ф. Жуков [и др.]; под ред. О.М. Петрухина. 2016.

<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000385853/000385853.djvu>

– William W. Parson. Modern Optical Spectroscopy electronic resource : With Exercises and Examples from Biophysics and Biochemistry /Parson, William W. Berlin, Heidelberg : : Springer Berlin Heidelberg : : Imprint: Springer, , 2015. 572 p. Электронный ресурс <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-662-46777-0>

– <http://sun.tsu.ru/limit/2016/000385853/000385853.djvu> онлайн-учебно-методические материалы по курсу «Физические методы исследования»;

– http://www.vmk.ru/product/programmnoe_obespechenie/atom.html Программное обеспечение атомно-эмиссионного спектрального анализа. Программа «Атом»

13. Перечень информационных технологий

а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

– Microsoft Office Standart 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office OneNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);

– публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

– Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ – <http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system>

– Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ – <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>

– ЭБС Лань – <http://e.lanbook.com/>

– ЭБС Консультант студента – <http://www.studentlibrary.ru/>

– Образовательная платформа Юрайт – <https://urait.ru/>

– ЭБС ZNANIUM.com – <https://znanium.com/>

– ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

14. Материально-техническое обеспечение

Аудитории для проведения занятий лекционного типа.

Аудитории для проведения занятий семинарского типа, индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Помещения для самостоятельной работы, оснащенные компьютерной техникой и доступом к сети Интернет, в электронную информационно-образовательную среду и к информационным справочным системам.

Лаборатории, оборудованные:

1. Атомно-эмиссионный спектрометр "Гранд" с многоканальным анализатором эмиссионных спектров в комплексе с полихроматором «Роуанда» и генератором «Везувий», Россия, НПО «Оптоэлектроника».
2. Дифракционный атомно-эмиссионный спектрометр ДФС-452, совмещенный с МАЭС.
3. Спектрофотометры «Evolution 600» USA, «Specol»; СФ-56.
4. Атомно-абсорбционный спектрометр SOLAAR S2 Thermoelectron Corporation (США).
5. Аналитические весы АДВ-200.

6. Спектрометр EDX Pocket Series (SkyrayInstrument, КНР)

Аудитории оборудованы для проведения занятий лекционного типа и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации в смешанном формате («Актру»).

15. Информация о разработчиках

Петрова Елена Васильевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра аналитической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.