

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Косенок Сергей Михайлович
Должность: ректор
Дата подписания: 02.07.2026 07:02:59
Уникальный программный ключ:
e3a68f3eaa1e62674b54f4998099d3d6bfdfc836

Оценочные материалы для промежуточной аттестации по дисциплине

Аналитическая геохимия

3 семестр

Код, направление подготовки	04.04.01 ХИМИЯ
Направленность (профиль)	Химия нефти
Форма обучения	Очная
Кафедра-разработчик	Химия
Выпускающая кафедра	Химия

ТИПОВЫЕ ЗАДАНИЯ ДЛЯ КОНТРОЛЬНОЙ РАБОТЫ

Теоретические вопросы (выбирается 2 из 5 предложенных)

Вопрос 1. Дайте классификацию инструментальных методов химического анализа по принципу взаимодействия излучения с веществом. Приведите примеры применения каждой группы для решения геохимических задач. Сформулируйте критерии выбора метода в зависимости от объекта анализа и требуемой точности.

Вопрос 2. Охарактеризуйте понятие «представительность пробы». Опишите основные методы отбора геологических образцов: область применения, достоинства и ограничения каждого. Как обеспечивается контроль загрязнения на стадии пробоподготовки?

Вопрос 3. Опишите методы химического разложения горных пород и нефтесодержащих образцов: кислотное разложение ($\text{HF} + \text{HNO}_3$, царская водка), спекание с Na_2CO_3 , микроволновое разложение. Сравните методы по критериям: полнота разложения, риск загрязнения, применимость к силикатным и карбонатным породам, особенности при анализе нефтесодержащих объектов.

Вопрос 4. Изложите физические основы атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС). Запишите закон Больцмана и уравнение Ломакина–Шайбе, объясните физический смысл каждого параметра. Перечислите и охарактеризуйте типы атомизаторов (пламя, дуга, искра, ИСП). Укажите, какие из них применяются для анализа растворов, какие — для твёрдых проб.

Вопрос 5. Дайте определения понятий «самопоглощение» и «самообращение» спектральных линий. Объясните механизм возникновения каждого эффекта. Каковы их последствия для количественного АЭС-анализа? Какие меры позволяют минимизировать влияние этих эффектов на результаты анализа?

Вопрос 6. Изложите принцип атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Опишите принципиальную блок-схему атомно-абсорбционного спектрометра с селективным источником света. Охарактеризуйте источники первичного излучения: лампа с полым катодом и лампа с непрерывным источником спектра – принцип работы, достоинства, ограничения.

Вопрос 7. Сравните пламенную и электротермическую атомизацию в ААС по следующим критериям: температура атомизации, чувствительность, производительность, матричные помехи, область применения для геологических проб и нефтей. Охарактеризуйте роль химических модификаторов матрицы при электротермической атомизации.

Вопрос 8. Дайте определение характеристической концентрации и характеристической массы в ААС. Запишите расчётные формулы. Поясните связь этих величин с чувствительностью метода. Назовите основные способы повышения чувствительности в ААС и условия их применения.

Вопрос 9. Изложите физические основы рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Дайте определения: характеристическое рентгеновское излучение, фотоэффект, Оже-эффект, выход флуоресценции, край поглощения. Объясните различие между диаграммными, запрещёнными и спутными спектральными линиями.

Вопрос 10. Сравните волнодисперсионный и энергодисперсионный варианты рентгенофлуоресцентного анализа по следующим характеристикам: спектральное разрешение, максимальная скорость счёта, чувствительность для лёгких элементов, тип детектора, производительность. Укажите предпочтительные области применения каждого варианта при анализе горных пород.

Вопрос 11. Опишите физические основы метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Охарактеризуйте роль ИСП как источника ионизации. Поясните принцип квадрупольной фильтрации ионов. Назовите основные типы спектральных интерференций (изобарные наложения, полиатомные ионы, оксиды) и способы их устранения.

Вопрос 12. Охарактеризуйте метод внутреннего стандарта в ИСП-МС: принцип применения, требования к выбору изотопа внутреннего стандарта, расчёт поправочного коэффициента. Каким образом аттестованные стандартные образцы состава (СОС) обеспечивают контроль правильности результатов ИСП-МС при анализе горных пород?

Вопрос 13. Изложите физические основы ИК-спектроскопии: молекулярные колебания и вращения, типы нормальных колебаний (валентные, деформационные), правила отбора. Объясните принцип работы ИК-спектрометра и метода нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО). Укажите преимущества ИК-спектроскопии перед дисперсионными приборами.

Вопрос 14. Охарактеризуйте характеристические полосы поглощения основных функциональных групп нефтей в ИК-спектре: C–H алифатические и ароматические, C=O, C=C, O–H, S=O. Запишите формулы расчёта индексов окисления и ароматичности. Поясните, каким образом ИК-данные используются для диагностики степени зрелости нефти.

Вопрос 15. Изложите принцип пиролитического анализа (Rock-Eval). Дайте определения параметров S_1 , S_2 , S_3 , T_{max} , ТОС. Запишите формулы расчёта водородного индекса (HI), кислородного индекса (OI) и индекса производства (PI). Опишите диаграмму Ван Кревелена: оси, типы керогена (I–IV), траектории катагенеза. Какие значения T_{max} соответствуют главной зоне нефтеобразования?

Расчетные задачи

Задача 1

Получены следующие значения A при атомно-абсорбционном измерении серии стандартных растворов свинца:

C, мкг/мл	0	2,0	5,0	10,0	20,0
A	0,002	0,045	0,109	0,214	0,421

а) Постройте градуировочный график. Определите уравнение линейной регрессии (МНК).

б) Рассчитайте концентрацию Pb в пробе, если A(пробы) = 0,156.

с) Вычислите предел обнаружения, если σ шума = 0,003.

Задача 2

При серии из 10 измерений концентрации цинка в геологическом образце методом ААС получены значения (мкг/г):

12,4; 12,8; 11,9; 13,1; 12,6; 12,3; 18,7; 12,5; 12,7; 12,9

а) Рассчитайте среднее значение и стандартное отклонение (СКО).

б) Проверьте наличие выброса по критерию Грабса (табличное значение $G_{0,05}$ для $n=10$ равно 2,290).

с) Рассчитайте доверительный интервал при $P = 0,95$. Коэффициент Стьюдента 2,262.

Задача 3

Необходимо определить содержание Ca, Mg, Fe, Al в силикатной горной породе методом АЭС-ИСП.

Проектируемая концентрация Ca в конечном растворе – 5 мкг/мл, предполагаемое содержание CaO в породе – 8 мас. %.

а) Рассчитайте необходимую навеску породы при растворении до объёма 100 мл.

б) Обоснуйте выбор метода разложения ($\text{HF} + \text{HNO}_3$ vs спекание) для данного типа породы.

с) Какие меры предосторожности необходимы при работе с HF?

Задача 4

При рентгенофлуоресцентном анализе серии стандартных образцов состава (СО) горных пород получены данные интенсивности флуоресценции для Fe K α :

Содержание Fe ₂ O ₃ , %	1,00	3,00	5,00	8,00	12,00
I, имп/с	120	355	590	943	1 415

- Постройте градуировочный график и определите уравнение прямой.
- Рассчитайте содержание Fe₂O₃ в исследуемой пробе, если I = 780 имп/с.
- Оцените, возможно ли применение данного метода без поправки на матричные эффекты, если проба содержит >30% SiO₂?

Задача 5

При анализе горной породы методом ИСП-МС определяли содержание лантана (La). В качестве внутреннего стандарта использовали индий (In) с концентрацией 10 мкг/л во всех растворах. Навеска породы — 0,1000 г, объём конечного раствора — 100,0 мл.

Таблица 1. Градуировочные растворы

C(La), мкг/л	I(La), имп/с	I(In), имп/с	R = I(La)/I(In)
0	200	50 000	0,004
2,0	8 200	50 100	?
5,0	20 100	49 800	?
10,0	39 900	50 200	?
20,0	79 600	50 000	?

Таблица 2. Результаты измерения пробы породы

Изотоп	I(La), имп/с	I(In), имп/с
¹³⁹ La	30 150	49 900

- Рассчитайте нормированное отношение $R = I(La) / I(In)$ для каждого градуировочного раствора. Заполните таблицу.
- Постройте градуировочный график $R = f(C)$. Определите уравнение прямой вида:
- Рассчитайте нормированный сигнал пробы R(пробы). Найдите концентрацию La в растворе пробы (мкг/л), используя уравнение градуировки.
- Пересчитайте концентрацию La в содержание в породе (мкг/г).
- Типичное содержание La в осадочных породах — ~28–36 мкг/г. Соответствует ли ваш результат этому диапазону? Сделайте краткий вывод.

Ситуационное задание

Задание 1

Вам предоставлены два геологических объекта: 1) образец нефтематеринской глинистой породы; 2) проба пластовой воды из нефтяной скважины. Необходимо определить содержание V, Ni, Fe, Ba (следовые элементы в нефти и воде).

- Выберите оптимальные аналитические методы для каждого объекта. Обоснуйте выбор.
- Составьте схему пробоподготовки для каждого объекта.
- Укажите возможные матричные помехи и способы их устранения.

Задание 2

При изучении керна скважины получены три образца из баженовской свиты. По каждому образцу выполнен пиролитический анализ Rock-Eval.

Данные анализа:

Образец	Литология	ТОС, %	S ₁	S ₂	S ₃	Tmax, °C
БЖ-1	Аргиллит	6,4	1,24	38,6	0,51	441
БЖ-2	Доманикит	12,8	3,87	94,2	0,39	445
БЖ-3	Кремнисто-карбонатный	2,1	0,32	6,1	1,18	427

S₁, S₂ — мг УВ/г породы; S₃ — мг CO₂/г породы

а) Расчёт индексов

Рассчитайте HI, OI и PI для каждого образца. Запишите формулы расчёта.

Результаты внесите в таблицу:

Образец	HI	OI	PI
БЖ-1	?	?	?
БЖ-2	?	?	?
БЖ-3	?	?	?

б) Стадия катагенеза (4 балла)

По значению Tmax определите стадию катагенеза для каждого образца.

Используйте таблицу-подсказку:

Tmax, °C	Стадия
< 430	Незрелое ОБ
430–465	Главная зона нефтеобразования
> 465	Зона газообразования

в) Генерационный потенциал (4 балла)

Рассчитайте углеводородный потенциал (S₁ + S₂) для каждого образца.

Классифицируйте породы по таблице:

S ₂ , мг УВ/г	Оценка породы
< 2	Бедная
2–6	Удовлетворительная
6–20	Хорошая
> 20	Отличная

г) Ответьте на вопросы:

- Какой образец является наиболее перспективной нефтематеринской породой? Обоснуйте ответ тремя показателями (ТОС, HI, Tmax).
- Чем отличается образец БЖ-3 от остальных? На что указывает высокое значение OI?
- Является ли БЖ-2 активно генерирующей породой? Обоснуйте по значению PI.

Перечень вопросов к экзамену

Раздел 1. Общие принципы инструментальных методов анализа

1. Классификация инструментальных методов химического анализа. Принципы взаимодействия излучения с веществом. Критерии выбора метода для геохимической задачи.
2. Электромагнитный спектр: диапазоны, соответствующие им методы анализа. Связь энергии фотона с длиной волны и частотой.
3. Метрологические характеристики аналитических методов: правильность, воспроизводимость, предел обнаружения, диапазон. Способы их определения.
4. Случайные и систематические погрешности: природа, примеры в геохимическом анализе, способы выявления и устранения.
5. Методы статистической обработки аналитических данных: СКО, критерий Грабса, критерий Стьюдента, доверительный интервал.

6. Понятие о стандартных образцах состава (СОС). Роль аттестованных СОС в метрологии аналитических измерений.
7. Нормативная документация в аналитическом контроле: ГОСТы, МВИ. Информационные правовые системы «Гарант» и «КонсультантПлюс» как инструменты поиска НД.

Раздел 2. Пробоподготовка геологических объектов

8. Представительность пробы. Методы отбора геологических образцов: штуфной, горстевой, бороздовый, задирковый, валовый.
9. Методы механического дробления и истирания горных пород. Приборы, применяемые на каждой стадии измельчения. Контроль загрязнения на стадии пробоподготовки.
10. Химическое разложение горных пород: кислотное разложение ($\text{HF} + \text{HNO}_3$, царская водка), спекание с Na_2CO_3 , микроволновое разложение. Сравнение методов для силикатных, карбонатных пород и нефтесодержащих образцов.
11. Особенности пробоподготовки нефтей, нефтесодержащих флюидов и битумоидных экстрактов для различных аналитических методов.
12. Расчёт навески и разведения при пробоподготовке: влияние матрицы, требуемого диапазона концентраций и выбранного метода анализа.

Раздел 3. Атомно-эмиссионная спектроскопия (АЭС)

13. Физические основы АЭС. Закон Больцмана. Уравнение Ломакина–Шайбе: параметры и физический смысл.
14. Типы атомизаторов в АЭС: пламя, дуга, искра, индуктивно связанная плазма (ИСП). Сравнительная характеристика. Области применения для геологических объектов.
15. Спектральные помехи в АЭС: самопоглощение, самообращение линий, наложение линий. Способы устранения.
16. Физико-химические помехи в АЭС: матричные эффекты, ионизация, неполная атомизация. Роль спектроскопических буферов.
17. Метод внутреннего стандарта в АЭС: принцип, требования к внутреннему стандарту, преимущества.
18. Метрологические характеристики и аналитические возможности АЭС. Качественный и количественный анализ. Применение для геологических и нефтяных проб.

Раздел 4. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС)

19. Физические основы ААС. Принципиальная блок-схема атомно-абсорбционного спектрометра. Источники первичного излучения: лампа с полым катодом, лампа с непрерывным источником спектра.
20. Пламенная атомизация: типы пламён, температуры, области применения. Химические помехи при пламенной атомизации.
21. Электротермическая атомизация (графитовая кювета): принцип, стадии программы нагрева, роль химических модификаторов матрицы.
22. Матричные помехи в ААС: спектральные, физические, химические. Методы их устранения (добавки ионизирующего буфера, метод добавок).
23. Метод добавок в ААС: условия применения, расчёт концентрации, преимущества перед градуировочным графиком.
24. Характеристическая концентрация и характеристическая масса в ААС. Связь с чувствительностью метода. Расчётные формулы.
25. Правильность и воспроизводимость в ААС. Источники систематических и случайных погрешностей. Способы проверки правильности.
26. Применение ААС для анализа геологических объектов (воды, руды, почвы, горные породы, нефти): определяемые элементы, особенности пробоподготовки.

Раздел 5. Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА)

27. Физические основы РФА: характеристическое рентгеновское излучение, фотоэффект, Оже-эффект, выход флуоресценции. Номенклатура рентгеновских линий (Зигбан и IUPAC).
28. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом: поглощение, упругое и неупругое (комптоновское) рассеяние, край поглощения. Матричные эффекты в РФА.
29. Волнодисперсионный и энергодисперсионный РФА: сравнение принципа работы, разрешающей способности, чувствительности, скорости счёта.
30. Детекторы для РФА: газонаполненный пропорциональный счётчик, сцинтилляционный счётчик, полупроводниковый детектор (Si(Li), SDD). Сравнительные характеристики.
31. Пробоподготовка для РФА: прессованные таблетки, плавленные диски, жидкие образцы. Преимущества и ограничения каждого способа для геологических проб.
32. Методы обработки РФА-спектров и расчёта содержаний: метод фундаментальных параметров, метод комптоновской нормализации, внешние стандарты.
33. Основы радиационной безопасности при работе с рентгеновским оборудованием. Нормативная база.
34. Применение РФА при геологическом картировании, литохимических поисках, экологическом мониторинге. Полевые и портативные РФА-приборы.

Раздел 6. Масс-спектрометрия и изотопные методы

35. Физические основы масс-спектрометрии: ионизация, фокусировка, разделение ионов. Типы масс-анализаторов (квадрупольный, магнитный секторный, времяпролётный).
36. ИСП-МС: принцип работы, источник ионизации (ИСП), интерфейс, квадрупольный фильтр, детектор. Аналитические возможности метода для геохимии.
37. Спектральные интерференции в ИСП-МС: изобарные наложения, полиатомные ионы, оксиды. Способы устранения (математические поправки, коллизионные/реакционные ячейки).
38. Метод внутреннего стандарта в ИСП-МС: требования к выбору изотопа, расчёт поправочного коэффициента, применение при анализе горных пород.
39. Многокислотный микроволновой метод химического разложения пород для ИСП-МС. Метод спекания. Сравнение методов для труднорастворимых минералов.
40. Стабильные и радиоактивные изотопы в геохимии. Основы геохронологии: Rb-Sr, Sm-Nd, U-Pb системы. Изотопные отношения как геохимические индикаторы.
41. Нормирование геохимических данных ИСП-МС на примитивную мантию, PAAS, хондрит. Построение мультиэлементных и РЗЭ-спектров.

Раздел 7. Инфракрасная спектроскопия

42. Физические основы ИК-спектроскопии: молекулярные колебания и вращения, типы нормальных колебаний, правила отбора. Связь числа мод с числом атомов в молекуле.
43. ИК-спектрометры с преобразованием Фурье (FTIR): принцип интерферометра Майкельсона, преимущества перед дисперсионными приборами.
44. Метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО/ATR): принцип, применение для нефтей и твёрдых геологических образцов.
45. Характеристические полосы поглощения функциональных групп нефтей: C-H (алифатические, ароматические), C=O, C=C, O-H, S=O. Диагностическое значение.
46. Индексы окисления и ароматичности в ИК-спектроскопии нефтей: расчётные формулы, геохимическая интерпретация. Диагностика степени зрелости нефти по ИК-данным.
47. Рамановская спектроскопия: физический принцип, сравнение с ИК, применение для идентификации минералов и углеродистого вещества в геохимии.

Раздел 8. Пиролитический анализ (Rock-Eval)

48. Метод Rock-Eval: принцип пиролиза при программируемом нагреве, пиролитическое и окислительное разложение проб породы с последующим детектированием продуктов разложения. Параметры S_1 , S_2 , S_3 и их физический смысл.

49. Качество керогена и тип органического вещества характеризуют водородный индекс HI и кислородный индекс OI. Расчётные формулы для HI, OI, PI (индекс производства). Геохимическая интерпретация.
50. Диагностика стадий катагенеза по $T_{\max}$: незрелый кероген ($T_{\max} < 430^\circ\text{C}$), главная зона нефтеобразования ($430\text{--}465^\circ\text{C}$), зона газообразования ($T_{\max} > 465^\circ\text{C}$).
51. Диаграмма Ван Кревелена: оси, типы керогена (I–IV), траектории катагенеза. Построение и интерпретация на основе данных Rock-Eval.
52. Углеводородный потенциал нефтегазоматеринской породы определяется суммой (S_1+S_2). Критерии классификации нефтематеринских пород по генерационному потенциалу.
53. Применение метода Rock-Eval при изучении нефтематеринских толщ Западной Сибири: типичные диапазоны параметров, корреляция с геологическими данными.

Пример экзаменационного билета

ВОПРОС 1 (теоретический, компетенция ПК-1.3)

Атомно-абсорбционная спектроскопия: физические основы метода. Принципиальная блок-схема спектрометра. Сравнительная характеристика пламенной и электротермической атомизации применительно к анализу горных пород и нефтей. Источники матричных помех и способы их устранения.

ВОПРОС 2 (теоретический, компетенция ПК-1.2)

Инфракрасная спектроскопия в геохимии нефти. Физические основы метода, типы колебаний, правила отбора. Характеристические полосы поглощения функциональных групп нефтей. Расчёт индексов окисления и ароматичности. Диагностика степени зрелости нефти по ИК-спектру.

ВОПРОС 3 (нормативно-правовой, компетенция ПК-3.1)

Нормативная база аналитического контроля геологических объектов: ГОСТы, МВИ, стандартные образцы состава. Метрологические понятия: правильность, воспроизводимость, неопределённость.

ЗАДАЧА (расчётная, компетенции ПК-1.2, ПК-1.3)

При Rock-Eval-анализе образца нефтематеринской породы получены следующие данные:

Параметр	Значение
S_1	0,82 мг УВ/г породы
S_2	6,14 мг УВ/г породы
S_3	0,95 мг CO_2 /г породы
ТОС	3,20 %
$T_{\max}$	438 $^\circ\text{C}$

- а) Рассчитайте HI, OI и PI. Запишите формулы расчёта.
- б) Определите тип керогена по диаграмме Ван Кревелена.
- в) Оцените стадию катагенеза органического вещества по значению $T_{\max}$.
- г) Оцените генерационный потенциал породы по значению S_2 . Является ли данная порода нефтематеринской?

Критерии оценивания:

Оценка	Критерий
Отлично (5)	Полные, развёрнутые ответы на оба теоретических вопроса; правильное решение задачи с обоснованием всех этапов
Хорошо (4)	Ответы раскрыты в основном, задача решена верно с единичными неточностями
Удовлетворительно (3)	Ответы содержат существенные пробелы, задача решена частично

Неудовлетворительно (2)	Ответы не раскрыты, задача не решена
--	--------------------------------------