

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

ИОНЦ «Экология и природопользование»

Химический факультет

Кафедра аналитической химии

**ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И
ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ**

Программа дисциплины

Подпись руководителя ИОНЦ
Дата

**Екатеринбург
2008**

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ИОНЦ «Экология и
природопользование»
_____ Радченко Т.А.
(подпись)

(дата)

Программа дисциплины «**Оптические методы анализа объектов окружающей среды и пищевых продуктов**» составлена в соответствии с требованиями федерального/национально-регионального (вузовского) компонента к обязательному минимуму содержания и уровню подготовки:

бакалавра, магистра по направлению Химия 020100.62 _____ (название, шифр)

по циклу «СД/ДС/» государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования.

Семестр 7

Общая трудоемкость дисциплины 130, в том числе:

Лекций 36

Семинаров _____

Лабораторных работ 46

Контрольные мероприятия:

Рефераты _____

Коллоквиумы 4

Контрольные работы _____

Другие _____

Автор (составитель, разработчик)

Буянова Елена Станиславовна, к.х.н., доцент, кафедра аналитической химии, Уральский государственный университет, Емельянова Юлия Валерьевна, к.х.н., ассистент, кафедра аналитической химии, Уральский государственный университет
(ФИО, ученая степень, ученое звание, кафедра, вуз)

Рекомендовано к печати протоколом заседания

Экспертно-конкурсной комиссии ИОНЦ ««Экология и природопользование»

от 10.04.2008 _____ № 290 _____.

(дата)

Согласовано:

Зав.кафедрой _____ аналитической химии _____
(название кафедры, реализующей данную дисциплину)

_____ / Неудачина Л.К. /
(подпись) Ф.И.О.

« » _____ 200 г.
(дата)

© Уральский государственный университет

© Буянова Е.С., Емельянова Ю.В., 2008

I. Введение

1. Цель дисциплины

Курс "Оптические методы анализа объектов окружающей среды и пищевых продуктов " посвящен расширенному изучению современных оптических методов анализа. Он имеет целью ознакомление студентов с теоретическими основами методов атомной и молекулярной спектроскопии (эмиссионный спектральный анализ, атомно-абсорбционный анализ, спектрофотометрический анализ), и привитие практических навыков для проведения анализов объектов различной природы данными методами.

2. Задачи дисциплины

Основные задачи дисциплины состоят в формировании у студентов представления об оптических методах анализа как о важнейшем разделе химической науки и аналитической химии в частности. Спецкурс должен дать представления об основных принципах и аппаратном обеспечении современных спектроскопических методов анализа, областях их применения.

3. Место дисциплины в системе высшего профессионального образования

Курс "Оптические методы анализа объектов окружающей среды и пищевых продуктов " является специальным курсом для подготовки студентов. Для успешного освоения изучаемого материала студенты должны иметь подготовку по физике, аналитической, органической химии, физическим методам исследования. Полученные знания и навыки могут быть использованы при изучении специальных курсов аналитического профиля, направленных на приобретение умений и навыков анализа объектов различной природы, обработки результатов измерений.

4. Требования к уровню освоения содержания курса

Студенты должны:

- знать теоретические основы методов атомной и молекулярной спектроскопии

- знать устройство и схемы современных приборов для эмиссионного спектрального, атомно-абсорбционного, спектрофотометрического анализов
- иметь практические навыки по использованию современного аналитического оборудования для спектроскопических методов анализа
- уметь выбрать необходимый метод для анализа объектов различной природы

II. Содержание курса

1. Темы и разделы курса, их краткое содержание

1. ВВЕДЕНИЕ

Оптические методы анализа, их значение и место в системе химико-аналитического контроля. Области применения, характерные особенности и возможности. Понятие о спектрах. Типы спектров - испускания и поглощения, атомные и молекулярные, линейчатые, полосатые и сплошные. Количественные характеристики спектров - длина волны, частот, волновое число, интенсивность спектральных линий. Характеристики, используемые для качественного и количественного анализа. Шкала электромагнитного излучения. Изменения в веществе, вызванные взаимодействием с излучением различной энергии. Краткая характеристика основных методов спектрального анализа в зависимости от типа используемого излучения, типа взаимодействия излучения с веществом, объектов, взаимодействующих с излучением.

2. АТОМНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

Классификация методов атомной спектроскопии - название, тип излучения, источник излучения, метод атомизации, превращения в веществе, применение. Характерные особенности и возможности методов атомного спектрального анализа. Теоретические основы атомной спектроскопии. Природа атомных спектров. Спектр атома водорода. Спектральные термы. Комбинационный принцип Ридберга - Ритца. Волновые свойства электронов, квантовые числа. Характеристики уровней энергии: вырождение, заселенность, вероятность переходов, время жизни. Типы переходов, правила отбора. Тонкая структура

спектральных линий, мультиплетность спектральных линий. Атомные спектры элементов с одним и несколькими валентными электронами. Интенсивность спектральных линий для случая термически равновесной плазмы. Связь интенсивности с температурой плазмы и степенью ионизации атомов. Уравнение Саха. Контур спектральной линии. Полуширина спектральной линии. Уширение спектральных линий, его причины. Естественная ширина спектральных линий. Допплеровское и лоренцевское уширение. Эффекты Зеемана и Штарка. Поглощение излучения плазмой. Реабсорбция, самообращение линий.

3. ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ.

Определение и основные характеристики метода. Возбуждение атомов. Процессы возбуждения и ионизации в плазме. Упругие и неупругие столкновения. Удары 1-го и 2-го рода. Зависимость интенсивности спектральных линий от концентрации атомов в плазме и пробе. Кривая роста. Уравнение Ломакина-Шайбе. Источники возбуждения для эмиссионного спектрального анализа. Назначение источников возбуждения и требования к ним. Дуга постоянного тока, дуга переменного тока. Вольтамперная характеристика дугового разряда. Связь температуры дуги с параметрами ее питания и составом газа, заполняющего межэлектродный промежуток. Определение температуры дуги методом Орнштейна. Топография излучения дуги. Схема дугового генератора с высокочастотным поджигом (схема Свентицкого). Конденсированная искра. Общая характеристика искрового разряда. Схема управляемой дуги Райского. Газовый разряд низкого давления, плазмотрон, лазеры как источники возбуждения. Аппаратура для эмиссионного спектрального анализа. Назначение и классификация спектральных приборов. Увеличение. Угловая и линейная дисперсия. Разрешающая способность. Факторы, влияющие на разрешающую способность. Инструментальный контур, нормальная ширина щели. Теоретическая и практическая разрешающая способность. Критерий Рэлея. Светосила спектрального прибора. Основные узлы спектральных приборов и их назначение. Входная щель, коллиматорный и

камерный объектив. Диспергирующие элементы - призма и дифракционная решетка. Разрешающая способность диспергирующего элемента. Принципиальные схемы и характеристики спектрографов ИСП-28, ИСП-30, ДФС-13, СЛ-11. Фотографические способы регистрации спектров. Характеристическая кривая фотоэмульсии. Основные характеристики фотопластинок: контрастность, интегральная и спектральная чувствительность. Измерение почернений.

Качественный спектральный анализ. Аналитические и последние линии. Отбор и подготовка пробы к анализу. Выбор спектрального прибора, источника возбуждения и способа регистрации. Испарение пробы и фотографирование спектра. Влияние фракционного испарения на интенсивность спектральных линий. Расшифровка спектрограмм. Учет наложения спектральных линий.

Количественный спектральный анализ. Выбор аналитических линий, гомологические линии. Основное уравнение фотографических методов количественного спектрального анализа. Требования к эталонам. Способы построения градуировочных графиков: метод трех эталонов, метод постоянного графика, метод добавок. Полуколичественный спектральный анализ. Метод сравнения спектров, метод последних линий.

Приемы эмиссионного спектрального анализа. Анализ металлов и сплавов, диэлектрических материалов, растворов. Способы пробоотбора, методы введения пробы в разряд.

4. АТОМНО - АБСОРБЦИОННЫЙ АНАЛИЗ

Общая характеристика и возможности метода ААА. Поглощение света атомами. Контур линии поглощения. Линейный и интегральный коэффициент поглощения, связь с концентрацией поглощающих атомов. Поглощательная способность (оптическая плотность) и пропускание атомного пара. Методы измерения поглощения атомного пара. Метод измерения интегрального коэффициента поглощения. Метод измерения линейного коэффициента поглощения (метод Уолша). Условия Уолша. Аппаратура для атомно-абсорбционного анализа. Блок-схема однолучевого атомно-абсорбционного

спектрофотометра. Типы атомно-абсорбционных спектрофотометров. Способы получения атомного пара. Системы распылитель-горелка. Непламенные способы атомизации. Источники резонансного излучения: лампы с полым катодом, безэлектродные шариковые лампы. Модуляция излучения источников света. Приемы атомно-абсорбционного анализа. Способы построения градуировочных графиков. Причины искривления градуировочных графиков. Источники ошибок физической и химической природы

5. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ.

Характеристика спектрофотометрического метода и его место в системе химико-аналитического контроля. История развития спектрофотометрического метода.

Поглощение света веществами. Электронные спектры поглощения, коэффициент молярного поглощения. Основные законы поглощения: светопоглощение, светопропускание, объединенный закон Бугера-Ламберта-Бера, закон аддитивности. Причины отклонений от законов поглощения.

Условия проведения фотометрических реакций. Типы фотометрических реакций. Описание равновесий обратимых фотометрических реакций. Влияние концентрации реагента на полноту протекания реакций. Расчет оптимальной концентрации реагента. Влияние кислотности на фотометрическую систему. Расчет оптимальной кислотности проведения фотометрической реакции. Учет влияния проявления реагентом индикаторных свойств, протекания ступенчатого комплексообразования, присутствия посторонних лигандов и комплексообразователей на условия проведения фотометрической реакции. Выбор реагента для поддержания кислотности в фотометрической системе.

Измерение светопоглощения растворов. Фотометрические методы измерения мощности световых потоков. Блок-схема приборов для спектрофотометрического анализа. Однолучевые фотоэлектроколориметры (КФК-2, КФК-3): назначение, технические данные, оптическая схема, принцип измерения. Приборы многоцелевого назначения (ЛМФ-72): назначение, технические данные, оптическая схема, принцип измерения. Двухлучевые

фотоколориметры (ФЭК-56М, ФЭК-60): назначение, технические данные, оптическая схема, принцип измерения. Спектрофотометры (СФ-26, СФ-46) : назначение, технические данные, оптическая схема, принцип измерения. Основные узлы приборов для спектрофотометрического анализа: источники излучения (лампа накаливания, галогенная лампа накаливания, дейтериевая и водородные лампы, газоразрядные ртутные лампы низкого и высокого давления), монохроматоры (стеклянные и интерференционные светофильтры, призма, решетка), приемники излучения (сурьмяно-цезиевый и кислородноцезиевый фотоэлементы, фотодиоды, фоторезисторы, фотоэлектронный умножитель).

Метрологические характеристики спектрофотометрического измерения: правильность, воспроизводимость. Основные источники погрешностей при измерении светопоглощения. Классификация методов измерения Рейли-Кроуфорда-Барковского. Метод абсолютной спектрофотометрии, раствор сравнения и воспроизводимость в методе абсолютной спектрофотометрии. Методы дифференциальной и полной дифференциальной спектрофотометрии. Воспроизводимость в методах дифференциальной спектрофотометрии, выбор оптимального раствора сравнения. Особенности применения фотоэлектроколориметров для дифференциальных измерений.

Метод двуволновой спектрофотометрии. Метод производной спектрофотометрии.

Методы спектрофотометрического анализа растворов. Абсолютные и дифференциальные методы определения одного вещества: методы сравнения оптических плотностей, ограничивающих растворов, метод определения с использованием среднего молярного коэффициента поглощения, метод постоянного градуировочного графика (графический и аналитический варианты), метод добавок (абсолютный и дифференциальный варианты). Абсолютные и дифференциальные методы определения нескольких веществ в растворе: при частичном перекрывании спектров поглощения (метод

Фирордта), при полном перекрывании спектров поглощения (дифференциальный метод анализа двухкомпонентных систем).

Спектрофотометрическое титрование.

6. ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

Явление люминесценции. Классификация видов люминесцентного излучения. Люминесценция дискретных центров и ее закономерности. Длительность и спектральный состав излучения. Квантовый и энергетический выход люминесценции дискретных центров, закон Вавилова. Связь квантового выхода со структурой молекул. Тушение люминесценции: концентрационное, температурное, примесями. Люминесценция кристаллофосфоров. Зонная теория ионных кристаллов. Механизм и закономерности свечения кристаллофосфоров.

Хемилюминесценция, механизм возникновения, применение хемилюминесцентного метода.

Основы количественного флуоресцентного анализа. Зависимость яркости флуоресценции от концентрации определяемого компонента. Факторы, определяющие яркость флуоресценции и их выбор при разработке методик анализа. Методы флуоресцентного анализа, особенности градуирования. Титриметрические методы с применением флуоресцентных индикаторов.

Аппаратура люминесцентного анализа. Способы компоновки узлов прибора. Источники излучения, монохроматизирующие устройства. Приемники излучения. Современная аппаратура для люминесцентного анализа.

2. Темы лабораторных, семинарских занятий и коллоквиумов

ПЕРЕЧЕНЬ ТЕМ КОЛЛОКВИУМОВ

1. Эмиссионный спектральный анализ
2. Атомно-абсорбционный анализ
3. Основные характеристики и устройство приборов для фотометрического анализа.
4. Люминесцентный анализ.

ПЕРЕЧЕНЬ ТЕМ ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ

1. Качественный спектральный анализ
2. Визуальный полуколичественный спектральный анализ сталей
3. Количественный спектральный анализ с использованием ИСП-спектрометра.
4. Атомно-абсорбционный анализ
5. Колориметрическое определение нитрита.
6. Изучение спектров поглощения РЗЭ.
7. Фотометрическое определение кремния.
8. Определение никеля дифференциальным методом.
9. Изучение условий фотометрического определения железа с нитрозо-R-солью.

3. Перечень примерных контрольных вопросов и заданий для самостоятельной работы

Типы спектров, их характеристики.

1. Поясните следующие термины: стационарное состояние, энергетические уровни, основное (нормальное) состояние, возбужденное состояние, поглощение, испускание, фотон, длина волны, частота, волновое число, спектральная линия, интенсивность спектральной линии, заселенность энергетических уровней, спектр поглощения, спектр испускания.
2. Объясните происхождение спектров испускания (эмиссионных) и спектров поглощения (абсорбционных) атомов и молекул с позиции квантовой теории.
3. Какими величинами характеризуются линии и полосы, наблюдаемые в спектрах испускания и поглощения?
4. Какие энергетические уровни и переходы изучают в: а) атомной спектроскопии; б) в молекулярной спектроскопии?
5. Для каких систем характерно появление: а) линейчатых; б) полосатых спектров?

6. Какие из указанных частиц K, Na, CO, Ar, N₂, CaOH, MnO₄⁻, CH₄ имеют в электронных спектрах линии, а какие – полосы?
7. Какой интервал длин волн отвечает оптическому диапазону?
8. Какой области спектра соответствует излучение с длиной волны: а) 703 нм; б) 11.5 см; в) 3.62 мкм; г) 9.25 Å? Каким энергетическим переходам оно отвечает? Какие методы анализа основаны на этих переходах?
9. Спектр газообразного цезия прост и напоминает спектр газообразного лития, а спектр газообразного железа чрезвычайно сложен. Дайте качественное объяснение этого различия.
10. Какие электронные переходы называют резонансными? Почему при определении элементов пламенно-эмиссионным методом используют резонансные линии, соответствующие переходам с первого возбужденного уровня?
11. Сформулируйте правила отбора электронных переходов в атомах. Укажите разрешенные переходы для термов: 2S , 2P , 2D .
12. По каким принципам можно классифицировать спектроскопические методы?
13. Что такое электромагнитный спектр? Как он изображается графически?
14. Укажите причины уширения спектров поглощения и флуоресценции молекул?
15. Почему любая спектральная линия имеет конечную ширину? Укажите по крайней мере три причины, обуславливающие уширение спектральных линий.
16. На чем основано применение спектров в качественном и количественном анализе?
17. Какие частицы имеют в спектрах широкие полосы поглощения?
- Атомы
 - Молекулы
 - Ионы

18. Какой характер имеют молекулярные спектры поглощения веществ в конденсированном состоянии?
- Сплошной спектр
 - Спектр с широкой полосой
 - Линейчатый спектр
 - Спектр с тонкой структурой на основной полосе
19. Какие изменения в спектре поглощения вещества наиболее вероятны при переходе его из конденсированного состояния в газообразное?
- Наблюдается гипсохромный сдвиг
 - Увеличивается ширина полосы поглощения
 - Наблюдается батохромный сдвиг
 - Проявится тонкая структура на основной полосе
20. Что представляет собой спектр возбуждения и что он характеризует?
- Графическая зависимость интенсивности флуоресценции от частоты или длины волны возбуждающего света; эффективность поглощения флуоресцирующими молекулами возбуждающего излучения.
 - Графическая зависимость интенсивности флуоресценции от частоты или длины волны излучения; спектральное излучение флуоресцирующих частиц.
 - Графическая зависимость интенсивности возбуждающего света от его частоты или длины волны; активное возбуждение флуоресцирующих частиц.
21. Какой вид спектров преимущественно используют в атомно-абсорбционной спектрометрии?
- Сплошные
 - Полосатые
 - Линейчатые
22. Перечислите особенности спектров флуоресценции.

Спектральные приборы

1. Перечислите основные характеристики спектральных приборов. В чем смысл их применения для описания эксплуатационных характеристик таких приборов?
2. Нарисуйте блок-схемы абсорбционных, эмиссионных и люминесцентных спектрометров.
3. Чем отличаются одноканальные спектрометры от многоканальных? Приведите примеры таких приборов.
4. В каких спектрографических методах и почему выгодно применять Фурье-спектрометры?
5. Укажите два способа «развертки» спектра по частоте.
6. Перечислите основные требования, которым должен удовлетворять «идеальный» источник электромагнитного излучения.
7. Укажите типичные источники излучения, в которых излучателем служит нагретое тело.
8. Укажите специфические особенности лампы с полым катодом, как источника излучения. В каких методах анализа используются лампы с полым катодом?
9. В каких методах анализа используется пламя?
10. Почему надо монохроматизировать электромагнитное излучение при получении спектров?
11. Перечислите основные способы монохроматизации.
12. Какие спектральные приборы называют монохроматорами и полихроматорами. Укажите три основные характеристики монохроматора.
13. От каких параметров зависит разрешение спектрального прибора? Сформулируйте критерий Рэлея разрешения двух спектральных линий.
14. Оцените порядок величины разрешающей силы монохроматора, способного к разрешению спектральных линий, расположенных друг от друга на расстоянии 1 нм в области 400 нм.

15. Что характеризуют линейная дисперсия и обратная линейная дисперсия прибора?

16. Сформулируйте роль светосилы монохроматора в спектральном анализе.

Какие параметры прибора определяют его светосилу?

17. Перечислите типы светофильтров.

18. Имеется набор следующих светофильтров:

светофильтр	Область сплошного пропускания, нм	Интервал длин волн с максимум пропускания, нм	Область сплошного поглощения, нм
1	<440	440-500	>500
2	<550	500-560	>560
3	<580	580-640	>640
4	-	580-670	<580 и >670
5	>590	540-590	<540
6	>560	480-560	<480
7	>490	430-490	<430

На основании этих данных: а) определите цвет светофильтров 1 и 4; б) выберите светофильтр (или комбинацию светофильтров) для анализа синего раствора; в) выберите светофильтр (или комбинацию светофильтров) для анализа раствора с сильным поглощением при 520 нм; г) определите цвет раствора, для которого подходит комбинация светофильтров 3 и 4?

Какие устройства могут служить приемниками излучения (детекторами)?

19. В чем преимущества электротермического способа атомизации по сравнению с пламенным в атомно-абсорбционном анализе?

20. Что нельзя использовать в качестве монохроматора в спектрофотометрах?

- а. Светофильтры
- б. Призма и щель
- в. Дифракционные решетки

21. Какую функцию выполняет диспергирующий элемент в спектрофотометре?
- a. Обеспечивает равномерную освещенность входной щели прибора
 - b. Выделяет из непрерывного спектра излучения узкий интервал частот
 - c. Формирует параллельный пучек лучей
 - d. Фокусирует изображение входной щели в фокальной плоскости
22. В какой области спектра целесообразно использовать приборы с кварцевой оптикой?
- a. УФ область
 - b. Видимая область
 - c. Ближняя ИК область
 - d. Дальняя ИК область
23. Укажите правильное понятие разрешающей силы прибора.
- a. Величина спектрального интервала, приходящегося на линейный интервал в фокальной плоскости объектива монохроматора
 - b. Минимальное расстояние между двумя спектральными полосами
 - c. Величина светового потока на 1 мм диаметр коллиматора
 - d. Число длин волн на 1 мм входной щели монохроматора
24. Какие способы атомизации используются в серийных атомно-абсорбционных приборах?
- a. Дуга постоянного и переменного тока
 - b. Пламя и графитовая кювета
 - c. Дуга переменного тока и графитовая кювета
 - d. Пламя и искра
25. Какие источники света используются в атомно-абсорбционном анализе?
- a. Дающие сплошной спектр
 - b. Дающие полосатый спектр
 - c. Дающие линейчатый спектр

26. Какие источники света дают возможность получить линейчатый спектр в методе атомной абсорбции?
- a. Лампа дейтериевая и лампа накаливания
 - b. Лампа с полым катодом и высокочастотная безэлектродная лампа
 - c. Лампа накаливания и лампа с полым катодом
 - d. Свет солнца и высокочастотная безэлектродная лампа
27. Какие спектральные приборы используются в эмиссионной спектрометрии пламени?
- a. Спектрофотометры и квантометры
 - b. Спектрофотометры и спектрографы
 - c. Фотометры и спектрофотометры
 - d. Фотометры и квантометры
 - e. Фотометры и спектрографы
28. Чем отличается фотометр от спектрофотометра?
- a. Имеет малую разрешающую способность, спектральная линия или полоса выделяется призмным монохроматором
 - b. Имеет большую разрешающую способность, спектральная линия или полоса выделяется светофильтром
 - c. Имеет малую разрешающую способность, спектральная линия или полоса выделяется дифракционной решеткой
 - d. Имеет малую разрешающую способность, спектральная линия или полоса выделяется светофильтром
29. Какие преимущества имеют спектрофотометры по сравнению с фотометрами?
- a. Возможность определения большого числа элементов в более широком интервале концентраций с более высокой точностью
 - b. Возможность определения большего числа элементов с более низким пределом обнаружения и высокой селективностью
 - c. Экспрессность, более высокая точность, устранены взаимные влияния элементов

30. Какие приемники излучения используются в серийных пламенных фотометрах?
- a Фотоэлемент, фотопластинка
 - b Фотоэлектронный умножитель, фотопластинка
 - c Набор селективных по спектральной чувствительности фотоэлементов
 - d Фотоэлемент в сочетании с фотоэлектронным умножителем
31. Объясните роль индуктора в получении индуктивно связанной плазмы.
32. Почему горелка для получения ИСП выполняется в виде трехтрубчатого плазмотрона?
33. Каким требованиям должен удовлетворять источник излучения в атомно-флуоресцентном методе? Можно ли использовать источники непрерывного спектра?
34. Какие источники излучения используются в атомно-абсорбционном методе анализа?
35. Какой тип горелки – прямоточная или щелевая с предварительным смешиванием – используют в качестве атолизатора в атомно-абсорбционном методе?

Молекулярная абсорбционная спектроскопия

1. Сформулируйте основные законы светопоглощения, используемые для спектрофотометрических соединений.
2. Назовите оптимальные объекты спектрофотометрического определения. Какими значениями коэффициентов поглощения характеризуются такие вещества?
3. Перечислите основные причины погрешностей в спектрофотометрии.
4. Укажите, какое из нижеперечисленных выражений характеризует связь между коэффициентом пропускания (T , %) и оптической плотностью (A):
1) $A = 2 - \ln T$; 2) $A = 2 - \lg T$; 3) $A = -\lg T$; 4) $A = 2 \cdot \lg T$
5. Какой фактор не влияет на молярный коэффициент поглощения?
a) температура

- b) длина волны проходящего света
 - c) концентрация раствора
 - d) природа вещества
6. Укажите физический смысл молярного коэффициента поглощения:
- a) спектральная плотность внешнего поля излучения;
 - b) величина, определяющая скорость излучения в диэлектрике;
 - c) убыль интенсивности излучения на единицу длины пути;
 - d) вероятность перехода из основного в возбужденное состояние.
7. Назовите критерий разрешения двух спектральных линий:
- a) положение максимумов отличается на 1 нм;
 - b) положение максимумов отличается на 10 нм;
 - c) глубина провала между ними составляет 20% высоты максимумов;
 - d) глубина провала между ними составляет 10% высоты максимумов.
8. Какой фактор не вызывает уширения спектральных линий?
- a) увеличение температуры;
 - b) уменьшение давления;
 - c) увеличение массы частиц в результате изотопного обмена;
 - d) изменение агрегатного состояния (переход из газообразного в жидкое в результате конденсации).
9. Что является основной характеристикой величины поглощения среды (раствора) при данной длине волны?
- a) интенсивность падающего излучения;
 - b) молярный коэффициент поглощения;
 - c) коэффициент пропускания;
 - d) оптическая плотность;
 - e) интенсивность прошедшего излучения.
10. Что используют в качестве раствора сравнения в дифференциальном спектрофотометрическом методе в случае соблюдения основного закона светопоглощения?
- a) чистый растворитель;

- b) раствор реагента;
- c) раствор поглощающего соединения любой концентрации.

11. Какую величину используют для сравнительной оценки чувствительности фотометрических реакций?
12. Что такое раствор сравнения в фотометрическом анализе? Каков его состав и назначение?
13. Каковы оптимальные интервалы измерения величин пропускания и оптической плотности? Чем они определяются?
14. В каком случае тангенс угла наклона градуировочного графика в методе спектрофотометрии будет наибольшим?
 - a) при малом значении ϵ и монохроматическом излучении;
 - b) при работе с источниками возбуждения со сплошным излучением;
 - c) при возбуждении монохроматическим излучением и большим значении ϵ .

Атомно-абсорбционная спектроскопия

1. На чем основан метод атомной абсорбции?
 - a) на измерении интенсивности излучения света возбужденными атомами;
 - b) на измерении интенсивности излучения света ионизированными атомами;
 - c) на измерении поглощения резонансного излучения атомами определяемого элемента;
 - d) на измерении переизлучения световой энергии, поглощенной свободными атомами.
2. С абсорбцией какого вида излучения имеют дело в атомно-абсорбционном анализе?
 - a) резонансного;
 - b) не резонансного;
 - c) излучения возбужденных атомов;
 - d) излучения ионизированных атомов.

3. Какие способы атомизации используются в серийных атомно-абсорбционных приборах?

- a) дуга постоянного и переменного тока;
- b) пламя и графитовая кювета;
- c) дуга переменного тока и графитовая кювета;
- d) пламя и искра.

4. Какое пламя и диапазон температур используются в аналитической атомной абсорбции?

- a) метан – воздух 1500-2000°C;
- b) паяльная горелка 1200-1500°C;
- c) ацетилен – воздух 2300-2500°C ;
- d) циан – кислород 3500-4000°C.

5. Что такое селективное поглощение?

- a) поглощение, обусловленное молекулами вещества в пламени;
- b) поглощение, обусловленное твердыми частицами определяемого компонента в пламени;
- c) поглощение излучения в результате рассеяния света частицами в пламени;
- d) поглощение, обусловленное атомами определяемого компонента;
- e) поглощение, обусловленное присутствием мешающих компонентов.

6. От каких факторов зависит чувствительность атомно-абсорбционного метода?

7. Что такое внутренний стандарт? Для чего его используют?

8. В каких случаях в методе атомной абсорбции нарушается линейный характер зависимости оптической плотности от концентрации?

9. Каковы основные источники погрешностей в атомно-абсорбционном методе? Укажите способы борьбы с ними.

10. Чем обусловлены более низкие пределы обнаружения, достигаемые в методе атомно-абсорбционной спектроскопии при использовании электротермических атомизаторов?

11. Пригодна ли дуга постоянного тока или высоковольтная искра в качестве непламенной атомизирующей системы в атомно-абсорбционной спектроскопии? Ответ мотивируйте.
12. Сколько процентов атомов определяемого элемента формируют аналитический сигнал в абсорбционной спектроскопии пламени;
- 1) ~ 1%; 2) ~ 30%; 3) ~ 50%; 4) ~ 99%.
13. Объясните, почему одновременное определение нескольких элементов атомно-абсорбционным методом намного сложнее, чем атомно-эмиссионным?
14. Перечислите причины отклонений от закона Бугера-Ламберта-Бера в атомно-абсорбционном методе.

Атомно-эмиссионная спектроскопия

1. На чем основан метод пламенной фотометрии пламени:
- a) На измерении интенсивности света, излучаемого возбужденными атомами (или молекулами) при введении вещества в пламя.
 - b) На измерении вещества резонансного излучения атомами определяемого элемента.
 - c) На измерении переизлучения световой энергии, поглощенной свободными атомами.
 - d) На измерении свечения атомов, ионов, молекул или других более сложных центров, возникающего в результате электронного перехода в этих частицах при их возвращении из возбужденного в основное состояние.
2. Почему спектральная линия имеет конечную ширину?
- a) Вследствие естественного уширения.
 - b) Вследствие доплеровского уширения.
 - c) Вследствие лорентцевского уширения.
 - d) Вследствие того, что уровень энергии, соответствующий переходу атома из одного энергетического состояния в другое, не бесконечно узкий.
 - e) Вследствие доплеровского и лорентцевского уширений.
 - f) Все ответы правильные.

3. Какая характеристика линии лежит в основе количественного спектрального анализа?
- a) Положение линии в спектре.
 - b) Полуширина линии.
 - c) Интенсивность.
 - d) Потенциал возбуждения.
 - e) Потенциал ионизации.
4. Как изменится величина аналитического сигнала при введении ПАВ?
- a) Не изменится.
 - b) Уменьшится.
 - c) Увеличится.
 - d) Увеличится, если при этом не изменится вязкость раствора.
 - e) Уменьшится, если это вещество легколетучее
5. Какая газовая смесь позволяет получить наиболее высокую температуру пламени?
- a) Ацетилен – воздух.
 - b) Ацетилен – кислород.
 - c) Светильный газ – воздух.
 - d) Водород – кислород.
6. Что представляет спектр самого пламени;
- a) Спектр молекул.
 - b) Спектр атомов.
 - c) Спектры молекул и атомов.
7. Какая из приведенных схем правильно отражает наиболее важные процессы в пламени при пламенно-фотометрических определениях?
- a) Аэрозоль → испарение растворителя → образование твердого вещества → плавление → испарение твердых частиц → поглощение → переизлучение.
 - b) Аэрозоль → испарение растворителя → диссоциация твердых частиц → возбуждение → ионизация → излучение.

с) Аэрозоль → испарение растворителя → образование твердых частиц → плавление → испарение твердых частиц → диссоциация → возбуждение → излучение.

д) Аэрозоль → испарение растворителя → образование твердых частиц → диссоциация → образование свободных атомов → поглощение.

8. Какой из приведенных факторов не влияет на линейную зависимость I от C ?

- а) Самопоглощение.
- б) Ионизация.
- с) Время распыления раствора.
- д) Образование труднолетучих (труднодиссоциирующих) соединений.
- е) Нестабильная работа компрессора, подающего распыляющий газ.

9. Какой из приведенных факторов не влияет на степень атомизации элемента?

- а) Дисперсность аэрозоля.
- б) Вязкость раствора.
- с) Поверхностное натяжение раствора.
- д) Время диспергирования раствора.
- е) Образование в пламени труднодиссоциируемых соединений, в состав которых входит определяемый элемент.
- ф) Ионизация.
- г) Температура пламени.

10. Как влияет температура распыляемого раствора на интенсивность излучения элементов в методе эмиссионной спектрометрии пламени?

- а) При увеличении температуры интенсивность излучения увеличивается.
- б) При увеличении температуры интенсивность излучения уменьшается.
- с) При уменьшении температуры интенсивность излучения увеличивается.

11. Объясните, почему в атомно-эмиссионном спектральном анализе интенсивность аналитической линии измеряют относительно некоторой линии сравнения?
12. Перечислите основные требования, предъявляемые к образцам сравнения?
13. Почему для построения градуировочного графика в количественном анализе требуется не менее трех образцов сравнения?
14. Перечислите смеси газов, используемые в фотометрии пламени.
15. Какие из элементов периодической системы могут быть определены методом эмиссионной фотометрии пламени с наибольшей чувствительностью? Укажите пределы обнаружения этих элементов данным методом.
16. Перечислите основные ограничения метода фотометрии пламени.
17. Сформулируйте практические задачи анализа, для решения которых наиболее эффективно применение дуги постоянного тока.
18. Сравните пределы обнаружения некоторых элементов в водных растворах при определении различными атомно-эмиссионными методами.

Люминесцентный анализ

1. Что такое люминесценция?
 - a) Свечение атомов, ионов, молекул или других более сложных комплексов, возникающее в результате электронного перехода в этих частицах при их возвращении из возбужденного состояния в основное.
 - b) Избирательное поглощение однородной нерассеивающей системой электромагнитных излучений различных участков спектра.
 - c) Излучение атомов, молекул, возникающее в результате электронных переходов между энергетическими уровнями возбужденных атомов или ионов.
2. Является ли люминесценция равновесным процессом?
 - a) Не является.
 - b) Является.

с) Является при комнатной температуре (25°C).

3. К какой из приведенных классификаций относятся термины: фотолюминесценция, рентгенолюминесценция, хемилюминесценция, катодолюминесценция?

а) По механизму свечения.

б) По источнику возбуждения.

с) По спектральному составу и длительности свечения.

4. Что такое спектр флуоресценции?

а) Графическая зависимость интенсивности флуоресценции от частоты (длины волны) излучения.

б) Графическая зависимость интенсивности флуоресценции от частоты (длины волны) возбуждающего света.

с) Графическая зависимость интенсивности возбуждающего света от частоты (длины волны) излучения.

5. Что представляет собой спектр возбуждения и что он характеризует?

а) Графическая зависимость интенсивности флуоресценции от частоты или длины волны возбуждающего света; эффективность поглощения флуоресцирующими молекулами возбуждающего излучения.

б) Графическая зависимость интенсивности флуоресценции от частоты или длины волны излучения; спектральное излучение флуоресцирующих частиц.

с) Графическая зависимость интенсивности возбуждающего света от его частоты или длины волны; активное возбуждение флуоресцирующих частиц.

6. Какая из характеристик люминесценции зависит от длины волны возбуждающего света?

а) Спектр люминесценции.

б) Выход (квантовый, энергетический) люминесценции.

с) Величина стоксовского смещения.

7. Какая из приведенных формулировок выражает закон Стокса-Люммеля?

а) Спектр излучения в целом и его максимум смещены относительно спектра поглощения и его максимума в сторону больших длин волн.

б) Выход флуоресценции зависит от длины волны возбуждающего света, концентрации флуоресцирующего вещества, посторонних примесей, температуры.

в) Нормированные спектры поглощения и излучения зеркально симметричны относительно прямой, проходящей перпендикулярно к оси частот через точку пересечения обоих спектров.

г) Спектр люминесценции всегда имеет большую длину волны, чем возбуждающий свет.

8. Зависит ли интенсивность люминесценции от температуры?

а) Не зависит.

б) Зависит.

в) Зависит только молекулярная люминесценция.

г) Зависит только фосфоресценция.

9. Как меняется интенсивность люминесценции большинства веществ с понижением температуры?

а) Уменьшается.

б) Уменьшается только фотолюминесценция.

в) Увеличивается.

г) Увеличивается только у кристаллофосфоров.

д) Сначала уменьшается, а затем остается постоянной.

10. Какой выход флуоресценции больше?

а) Энергетический.

б) Квантовый.

в) Квантовый или энергетический в зависимости от свойств люминесцирующей частицы.

11. Объясните, почему градуировочный график при флуориметрических определениях линейен только в ограниченной области концентраций?

12. Почему люминесцентный метод анализа является более чувствительным, чем спектрофотометрический в УФ- и видимой областях? Чем объясняется более высокая селективность люминесцентного метода анализа по сравнению со спектрофотометрическим в УФ- и видимой областях?

13. Как добиться повышения чувствительности флуориметрических определений?

14. Что понимают под термином тушение люминесценции? Какие виды тушения существуют?

15. Чем объяснить, что диапазон линейности градуировочного графика в методе фосфориметрии значительно шире, чем в методе флуориметрии?

16. На чем основывается количественный люминесцентный анализ и какова его чувствительность по сравнению с абсорбционной спектрофотометрией?

4. Примерная тематика рефератов, курсовых работ (не предусмотрены)

5. Примерный перечень вопросов к экзамену

1. Интенсивность спектральных линий для случая термически равновесной плазмы. Связь интенсивности с температурой плазмы и степенью ионизации атомов.

2. Принципиальные схемы и характеристики спектрографов ИСП-30 и ДФС-13.

3. Основные характеристики и законы поглощения: светопропускание, светопоглощение, электронные спектры поглощения, объединенный закон Бугера-Ламберта-Бера, закон аддитивности. Причины отклонения от законов.

4. Контур спектральной линии. Уширение спектральных линий и его причины.

5. Назначение источников возбуждения для эмиссионного спектрального анализа и требования к ним. Дуга переменного тока. Схема дугового генератора с высокочастотным поджигом.
6. Типы фотометрических реакций. Равновесие обратимых фотометрических реакций. Влияние концентрации реагента на полноту протекания реакций.
7. Зависимость интенсивности спектральных линий от концентрации атомов в плазме и пробе. Самопоглощение. Кривая роста. Уравнение Ломакина-Шайбе.
8. Высоковольтная конденсированная искра. Общая характеристика искрового разряда. Схема управляемой искры Райского.
9. Влияние кислотности на фотометрическую систему. Расчет оптимальной кислотности проведения фотометрической реакции.
10. Назначение источников возбуждения для эмиссионного спектрального анализа и требования к ним. Дуга постоянного тока.
11. Процессы возбуждения и ионизации в плазме. Упругие и неупругие столкновения. Удары первого и второго рода. Зависимость интенсивности спектральных линий от концентрации атомов в плазме и пробе.
12. Влияние проявления реагентом индикаторных свойств, протекания ступенчатого комплексообразования, присутствия в растворе посторонних комплексообразователей и лигандов на условия проведения фотометрической реакции.
13. Полуколичественный спектральный анализ. Метод сравнения спектров, метод последних линий.
14. Сущность явления реабсорбции и ее влияние на зависимость интенсивности спектральных линий от концентрации атомов.
15. Абсолютные фотометрические методы определения нескольких веществ в растворе.
16. Характеристики спектральных приборов. Увеличение. Угловая и линейная дисперсия.
17. Способы построения градуировочных графиков в количественном спектральном анализе. Требования к эталонам.

18. Однолучевые фотоэлектроколориметры КФК-2, КФК-3, ЛМФ-72М: назначение, технические данные, оптическая схема.
19. Разрешающая способность спектрального прибора. Инструментальный контур, нормальная ширина щели. Теоретическая и практическая разрешающая способность.
20. Аппаратура для атомно-абсорбционного анализа. Способы получения атомного пара.
21. Метод абсолютной спектрофотометрии. Воспроизводимость измерений в методе абсолютной спектрофотометрии.
22. Основные характеристики призмы как диспергирующего элемента спектрального прибора. Ход лучей через призму. Угловая дисперсия и разрешающая способность призмы.
23. Абсолютные фотометрические методы определения одного вещества в растворе.
24. Аппаратура для атомно-абсорбционного анализа. Источники резонансного излучения. Блок-схема спектрометра.
25. Основные характеристики дифракционной решетки как диспергирующего элемента спектрального прибора. Угловая дисперсия и разрешающая способность дифракционной решетки.
26. Спектрофотометры СФ-26 и СФ-46: назначение, технические данные, оптическая схема.
27. Метод спектрофотометрического титрования.
28. Методы дифференциальной и полной дифференциальной спектрофотометрии. Воспроизводимость измерения в этих методах.
29. Основные узлы приборов для фотометрического анализа: источники излучения.
30. Фотографические способы регистрации спектров. Характеристическая кривая фотоэмульсии. Измерение почернений.
31. Дифференциальные фотометрические методы определения одного вещества в растворе.

32. Основные узлы приборов для фотометрического анализа: приемники излучения.
33. Основные характеристики фотопластинок: контрастность, спектральная чувствительность. Обработка фотопластинок.
34. Методы производной и двухволновой спектрофотометрии.
35. Основные узлы приборов для фотометрического анализа: призма, решетка, светофильтры.
36. Качественный спектральный анализ. Аналитические и последние линии. Отбор и подготовка пробы к анализу. Выбор спектрального прибора, источника возбуждения и способа регистрации. Расшифровка спектров.
37. Общая характеристика ААА. Контур линии поглощения. Метод измерения линейного коэффициента поглощения (Уолша).
38. Двухлучевые фотоэлектроколориметры ФЭК-56М, ФЭК-60: назначение, технические данные, оптическая схема и характеристика основных узлов.
39. Количественный спектральный анализ. Выбор аналитических линий, гомологические линии. Требования к эталонам.
40. Взаимосвязь между интенсивностью спектральных линий и почернением фотоэмульсии. Основное уравнение фотографических методов количественного спектрального анализа.
41. Высоковольтная и низковольтная искра. Схема управляемой искры Райского.
42. Классификация методов спектрофотометрического измерения. Кривые ошибок в методах абсолютной и дифференциальной спектрофотометрии.
43. Общая характеристика и возможности метода ААА. Поглощение света атомами. Контур линии поглощения. Линейный и интегральный коэффициент поглощения, связь с концентрацией поглощающих атомов. Приемы атомно-абсорбционного анализа.
44. Газовый разряд низкого давления, плазмотрон, лазеры как источники возбуждения.

45. Абсолютные и дифференциальные методы определения нескольких веществ в растворе: при частичном перекрывании спектров поглощения (метод Фирордта), при полном перекрывании спектров поглощения
46. Теоретические основы метода люминесценции
47. Приборы для люминесцентного анализа.
48. Количественный флуоресцентный анализ.
49. Фотоэлектрические способы регистрации спектров. Фотоэлементы, фотоумножители, фотодиоды, приборы с зарядовой связью
50. Индуктивно-связанная плазма как источник возбуждения.

III. Распределение часов курса по темам и видам работ

№ п/п	Тема, раздел	Учебный план, часов			
		Аудиторные занятия		Самостоя- тельная работа	Итого по темам
		лекции	практи- ческие		
1	Введение	2	-	2	4
	Атомная спектроскопия	4	-	8	12
	Эмиссионный спектральный анализ	14	20	12	46
	Атомно-абсорбционный анализ	4	-	8	12
	Спектрофотометрический анализ	8	26	18	52
	Люминесцентный анализ	4			4
	<i>Всего</i>	36	46	48	130

IV. Форма итогового контроля

V. Учебно-методическое обеспечение курса

1. Рекомендуемая литература

- основная

1. ПРАЙС В. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. М., МИР, 1976 г.
2. БРИЦКЕ М.Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ. М., "Химия", 1982 г.
3. ХАВЕЗОВ И., ЦАЛЕВ Д. Атомно-абсорбционный анализ. Л., "Химия", 1983 г.
4. ОРЕШЕНКОВА Е.Г. Спектральный анализ. М., "Высшая школа", 1982 г.
5. БЕРНШТЕЙН И.Я., КАМИНСКИЙ Ю.Л. Спектрофотометрический анализ в органической химии. Л., "Химия", 1986г.
6. БУЛАТОВ М.И., КАЛИНКИН И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. Л. "Химия", 1986г.
7. БАРКОВСКИЙ В.Ф., ГАНОПОЛЬСКИЙ В.И. Дифференциальный спектрофотометрический анализ. М., "Химия", 1969г.
8. ЗАЙДЕЛЬ А.Н. Основы спектрального анализа. М., "Наука", 1965.
9. ТЕРЕК Т. и др. Эмиссионный спектральный анализ. М., "МИР", 1982, (в 2-х томах).
10. ТРОФИМОВА Т.И. Оптика и атомная физика. М., Высшая школа, 1999.
11. Основы аналитической химии. В двух томах. Под ред. Ю.А. Золотова. М., Высшая школа, 1999.
12. ОТТО М. Современные методы аналитической химии (в 2-х томах). М., Техносфера. 2003
13. Буянова Е.С. Методические указания к лабораторным работам «Спектральный анализ» по спецкурсу «Оптические методы анализа» для студентов 4 курса химического факультета. Екатеринбург, УрГУ, 2005, 40 с.
14. Буянова Е.С., Емельянова Ю.В. Методические указания к лабораторным работам «Спектрофотометрический анализ» по спецкурсу «Оптические методы

анализа» для студентов 4 курса химического факультета. Екатеринбург, УрГУ, 2005, 48 с.

- дополнительная

1. БЕНУЭЛ К. Основы молекулярной спектроскопии. М., "Мир", 1985г
2. БУЛАТОВ М.И. Расчеты равновесий в аналитической химии. Л., "Химия", 1984г.
3. ТАРАСЕВИЧ Н.И. и др. Методы спектрального и химико-спектрального анализа. М., МГУ, 1973.
4. ПОЛУЭКТОВ Н.С. Методы анализа по фотометрии пламени. М., "Химия", 1967.
5. СВЕНТИЦКИЙ Н.С. Визуальные методы эмиссионного спектрального анализа. Л.-М., Физматгиз, 1961.
6. ШМИДТ В. Оптическая спектроскопия для химиков и биологов. М., Техносфера. 2007.
7. КИЗЕЛЬ В.А. Практическая молекулярная спектроскопия. М., МФТИ, 1998
8. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. (в 2-х томах). Под ред. Р.Кельнера. М., «Мир» «АСТ», 2004.

VI. Ресурсное обеспечение

1. Лаборатории спектрального анализа, спектрофотометрического анализа кафедры аналитической химии УрГУ
2. Приборная база, лабораторное оборудование, материалы:
 - атомно-абсорбционный спектрометр SOLAAR M6, оснащенный персональным компьютером с соответствующим программным обеспечением
 - эмиссионный спектрометр с ИСП iCAP 6500, оснащенный персональным компьютером с соответствующим программным обеспечением
 - стилоскоп СЛ-13
 - спектрофлуориметр «Флюорат-Панорама

фотоколориметры КФК-2, КФК-2М, КФК-3, ФЭК-60 с набором кювет (кварцевые и стеклянные)

- спектрофотометры СФ-26, СФ-46 с набором кювет (кварцевые)

- спектрофотометр HELIOS ALPHA, оснащенный персональным компьютером с соответствующим программным обеспечением

- графитовые электроды, заточенные на конус и в форме кратера, металлические (железо типа Армко, алюминий, медь) электроды, заточенные на конус и в форме дисков

- станок для заточки электродов, шлифовальные бруски и бумага

- Атлас дуговых и искровых спектральных линий.

- Комплекты стандартных образцов (СО)

- весы технические

- весы аналитические

- мерная посуда (пипетки, колбы, цилиндры и т.п.)

- химические реактивы

3. Компьютерный класс химического факультета УрГУ для обработки результатов измерений.