

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования «БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра физико-химических методов сертификации продукции

**ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА
ПРОМЫШЛЕННЫХ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННЫХ ТОВАРОВ**

Программа, методические указания и контрольные задания
для студентов заочного факультета специальности 1-54.01.03
«Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции»

Минск 2011

УДК 543.4. + 543.422.5 + 538.95

Рассмотрены и рекомендованы к изданию редакционно-издательским советом университета

Составитель: канд. хим. наук, доцент Глоба И.И.

Рецензент:

По тематическому плану изданий учебно-методической литературы университета на 2012 г. Поз.

Для студентов заочного факультета специальности 1-54.01.03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции»

© Учреждение образования

«Белорусский государственный
технологический университет»

© Глоба И. И., составление,

2011

ВВЕДЕНИЕ

Контроль качества сырья и выпускаемой продукции всегда был важной задачей, решение которой в значительной мере обеспечивает конкурентоспособность продукции как на внутреннем, так и на внешнем рынках, экономическую эффективность производства. Еще более его значение возрастает в настоящее время, когда для производства продукции используются значительно более широкий спектр местного и импортируемого сырья, более разнообразные технологические приемы, все в большей степени ухудшается экологическая обстановка, что приводит, особенно в пищевых продуктах, к появлению новых высокоактивных компонентов-токсикантов.

Эти обстоятельства требуют все более широкого применения для контроля качества продукции современных физических и физико-химических методов, в частности оптических методов анализа, изучение которых студентами, обучающимися по специальности 1-54.01.03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции», предполагается в дисциплине «Оптические методы и приборы контроля качества продукции». Эти методы, основанные на взаимодействии анализируемого вещества с электромагнитным излучением оптического диапазона, как правило, располагают комплексом высоких аналитических характеристик – низким нижним пределом обнаружения, достаточной точностью, высокими универсальностью, экспрессностью, экономичностью. Приборная база, необходимая для осуществления оптических методов анализа, в настоящее время не является дефицитной и доступна по цене большинству даже средних по размерам предприятий, быстро окупаясь за счет повышения качества и, следовательно, увеличения объемов реализации выпускаемой продукции.

Цель преподавания дисциплины «Оптические методы и приборы контроля качества продукции» – формирование у студентов инженерных знаний и навыков по применению физико-химических методов анализа для контроля качества продукции.

Основными задачами данной дисциплины являются:

- освоение теоретических основ разнообразных оптических методов;
- изучение принципов действия приборов, функций и устройства их основных узлов;
- изучение способов отбора и подготовки проб анализируемого вещества к исследованию различными оптическими методами;
- изучение возможностей использования указанных методов для измерения показателей качества разнообразной продукции;
- приобретение студентами практических навыков применения изучаемых методов для контроля качества продукции.

Место данной дисциплины в учебном процессе – завершение общетехнической и общепрофессиональной подготовки, специальная подготовка студентов по выбранному профилю обучения.

Дисциплина «Оптические методы и приборы контроля качества продукции» базируется на основных разделах общенаучных дисциплин – физики, теоретической химии, физической химии, коллоидной химии, аналитической химии и др.

В соответствии с учебным планом дисциплина «Оптические методы и приборы контроля качества продукции» изучается студентами заочного факультета на третьем и четвертом курсах главным образом самостоятельно по учебникам и учебным пособиям путем последовательной проработки всех разделов дисциплины согласно учебной программе, приведенной в данных методических указаниях. Изучение дисциплины включает также лекционный курс, практические и лабораторные занятия, а также выполнение двух контрольных работ.

При изучении дисциплины студенты пользуются литературой, список которой приведен в данных методических указаниях. Если рекомендуемые учебные пособия отсутствуют, а также при желании углубить свои знания студенты могут использовать дополнительную литературу.

В процессе изучения данной дисциплины студентам рекомендуется составить конспект с изложением основных теоретических положений изучаемых методов, принципиальных схем приборов и основных их блоков, указанием областей применения и аналитических характеристик, достигаемых при использовании методов.

Вопросы, возникающие у студентов в процессе изучения дисциплины, могут быть выяснены на групповых и индивидуальных консультациях, которые проводятся преподавателями кафедры.

Для того, чтобы помочь студентам при изучении данной дисциплины, в методическом пособии по каждому методу анализа обращено внимание на наиболее существенные его аспекты, а также приведены вопросы для самопроверки и примеры решения типовых задач.

В процессе изучения данной дисциплины студенты должны выполнить две контрольные работы (по одной в каждый семестр), к выполнению которых рекомендуется приступать после проработки соответствующего учебного материала.

На практических занятиях и лабораторном практикуме, которые проводятся во время экзаменационных сессий, студенты должны ознакомиться с устройством и техническими характеристиками приборов, приобрести навыки работы на них, освоить методики измерений и расчетов основных показателей качества продукции.

Изучение дисциплины заканчивается сдачей зачета в VII семестре и экзамена в VIII семестре. К зачету и экзамену допускаются студенты, выпол-

нившие контрольные работы и внесшие дополнения и исправления в соответствии с замечаниями, сделанными преподавателем, рецензировавшим их.

На зачет и экзамен студент должен предъявить зачетную контрольную работу.

1. ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

1.1 Содержание лекционного материала

Введение

Понятие методов и методик анализа. Основные аналитические характеристики методов и методик анализа. Классификация оптических методов анализа.

РАЗДЕЛ 1. Методы анализа, основанные на преломлении и рассеянии света

Тема 1. Рефрактометрический анализ. Приборы рефрактометрического анализа

Физические основы рефрактометрии. Показатель преломления, дисперсия рефракции, средняя и мольная рефракция, зависимость коэффициента преломления от температуры и давления. Принципиальные схемы, функции и устройство основных узлов приборов для измерения рефрактометрических характеристик вещества. Применение рефрактометрии при контроле качества пищевой и промышленной продукции.

Тема 2. Поляриметрический анализ. Приборы поляриметрического анализа.

Физические основы поляриметрии. Причины оптической активности вещества. Угол вращения плоскости поляризации, удельное и мольное вращение плоскости поляризации. Зависимость оптической активности вещества от его строения, от концентрации раствора оптически активных веществ, температуры. Дисперсия оптического вращения. Принципиальные схемы, функции и устройство основных узлов приборов для осуществления поляриметрического и спектрополяриметрического анализа. Применение поляриметрии и спектрополяриметрии при контроле качества продукции.

Тема 3. Фотонепелометрический и фототурбидиметрический анализ. Приборы для проведения фотонепелометрического и фототурбидиметрического анализа

Физические основы фотонепелометрического и турбидиметрического анализов. Основной закон фотонепелометрии. Основной закон фототурбидиметрии. Принципиальные схемы, функции и устройство основных узлов приборов для осуществления фотонепелометрического и турбидиметриче-

ского анализа. Применение фотонейтриметрии и фототурбидиметрии при контроле качества продукции.

РАЗДЕЛ 2. Спектральные методы анализа

Тема 1. Теоретические основы спектроскопии. Классификация спектральных методов анализа

Физические основы спектроскопии. Классификация методов спектрального анализа. Вид и основные характеристики атомных и молекулярных спектров вещества. Аналитические возможности методов атомной и молекулярной оптической спектроскопии.

Тема 2. Атомно-эмиссионный анализ

Способы атомизации и возбуждения вещества. Электронные переходы при возбуждении атомов и эмиссии характеристических спектральных линий. Вид спектров атомной эмиссии. Зависимость количества спектральных линий, их интенсивности и положения на шкале длин волн от химической природы атомов, условий атомизации и возбуждения вещества, условий разложения и регистрации излучения.

Тема 3. Блок-схема и принцип действия атомно-эмиссионного спектрометра и его основных узлов

Блок-схема и принцип действия атомно-эмиссионного спектрометра, функции и устройство атомизаторов, анализаторов, детекторов и регистрирующих устройств атомно-эмиссионных спектрометров. Основные технические характеристики атомно-эмиссионных спектрометров

Тема 4. Подготовка проб при проведении атомного спектрального анализа

Отбор проб анализируемой продукции, подготовка проб полным растворением анализируемого вещества, экстракционным извлечением определяемого компонента вещества, сухим озолением и мокрой минерализацией, концентрированием определяемого компонента.

Тема 5. Качественный атомно-эмиссионный анализ

Порядок определения положения характеристических спектральных линий на шкале длин волн и их идентификации. Структура таблиц и атласов спектров атомной эмиссии

Тема 6. Количественный атомно-эмиссионный анализ

Связь интенсивности характеристических спектральных линий определяемых элементов с их содержанием в анализируемой пробе.

Полуколичественный атомно-эмиссионный анализ методами сравнения, гомологических пар, появления и усиления спектральных линий.

Точный количественный атомно-эмиссионный анализ методами трех эталонов, одного эталона, методом добавок.

Тема 7. Атомно-абсорбционный анализ

Физические основы атомно-абсорбционного анализа. Особенности атомизации анализируемого вещества при проведении атомно-абсорбционного анализа. Электронные переходы при поглощении электромагнитного излучения атомами анализируемого вещества.

Тема 8. Блок-схема и принцип действия атомно-абсорбционного спектрометра и его основных узлов

Блок-схема и принцип действия атомно-абсорбционного спектрометра; функции и конструктивные особенности атомизаторов и источников излучения; оптические схемы монохроматоров, детекторов и регистрирующих устройств атомно-абсорбционных спектрометров. Особенности однолучевых и двухлучевых оптических схем атомно-абсорбционных спектрометров и их эксплуатационных характеристик.

Тема 9. Количественный атомно-абсорбционный анализ

Закон светопоглощения. Количественный атомно-абсорбционный анализ методом калибровочного графика и методом добавок. Аналитические характеристики метода.

Тема 10. Подбор оптимальных условий атомно-абсорбционного анализа и методик измерений

Мешающие влияния в атомно-абсорбционном анализе. Подбор оптимальных условий атомно-абсорбционного анализа и методик измерений.

Тема 11. Атомно-флуоресцентный анализ

Физические основы атомно-флуоресцентного анализа. Особенности атомизации и возбуждения анализируемого вещества при проведении атомно-флуоресцентного анализа. Электронные переходы при поглощении электромагнитного излучения атомами анализируемого вещества. Количественный атомно-флуоресцентный анализ методом калибровочного графика и методом добавок. Аналитические характеристики метода.

Тема 12. Рентгеноспектральный анализ

Физические основы рентгеноспектрального анализа. Способы возбуждения рентгеновских спектров. Тормозное и характеристическое рентгеновское излучение. Основы качественного и количественного анализа по характеристическим рентгеновским спектрам. Особенности конструктивных узлов рентгеновских спектрометров. Схемы проведения рентгеноспектрального анализа. Аналитические приложения рентгеноспектрального анализа.

Тема 13. Молекулярная спектроскопия поглощения в ультрафиолетовой и видимой области.

Физические основы метода, основной закон светопоглощения и условия его выполнения. Вид и основные характеристики спектров. Колориметрический, фото- и спектрофотометрический анализ. Подготовка проб к анализу. Приборы фото- и спектрофотометрического анализа. Применение и аналитические характеристики методов.

Тема 14. ИК-спектроскопия

Физические основы ИК-спектроскопии. Вид и основные характеристики ИК-спектров. Особенности конструктивных узлов ИК-спектрометров. Подготовка проб к анализу. Идентификация вещества по ИК спектрам. Количественный ИК-спектральный анализ

Тема 15. Люминесцентный анализ

Физические основы люминесцентного анализа, основные способы возбуждения люминесценции. Вид и основные характеристики спектров люминесценции. Основные закономерности люминесцентного анализа. Приборы для осуществления люминесцентного анализа. Применение люминесцентного анализа.

2.2. УКАЗАНИЯ К РАЗДЕЛАМ КУРСА

Введение

Во вводной части данного курса необходимо усвоить понятия основных аналитических характеристик методов и методик анализа, – правильность, точность, воспроизводимость, чувствительность, экспрессность и др., а также ознакомиться с принципами классификации оптических методов контроля качества продукции.

Вопросы для самопроверки

1. Что означает термин «правильность определения»?
2. Дайте определение понятиям «чувствительность», «точность», «воспроизводимость», «экспрессность» анализа.
3. Какие факторы оказывают наиболее существенное влияние на стоимость анализа?
4. Какие принципы положены в основу классификации оптических методов анализа?
5. Что такое область применения аналитического метода и чем она определяется?

Рефрактометрический анализ

При изучении данного метода особое внимание следует уделить физической природе преломления светового луча при переходе из одной среды во вторую и понятию коэффициента (показателя) преломления, т.е. понять, что

происходит со световым лучом и исследуемым веществом при проведении рефрактометрических измерений. Необходимо также усвоить зависимости показателя преломления от длины волны электромагнитного излучения, химического строения преломляющего вещества и условий его измерения – температуры и давления. Следует изучить также устройство лабораторных рефрактометров и функциональное назначение их основных узлов, а также рефрактометров, используемых для регулирования технологических процессов. Существенное внимание следует уделить аналитическим возможностям рефрактометрического метода и конкретным примерам применения рефрактометрии для контроля качества продукции.

Вопросы для самопроверки

1. Что такое показатель преломления? Чем обусловлено изменение скорости распространения светового луча при переходе из одной среды в другую?
2. Как зависит показатель преломления вещества от температуры и давления, при которых проводятся его измерения?
3. Зависит ли показатель преломления вещества от длины волны преломляемого луча?
4. Что такое дисперсия рефракции, средняя дисперсия, относительная дисперсия?
5. Что такое мольная рефракция? Зависит ли мольная рефракция от условий измерения показателя преломления? Как можно рассчитать мольную рефракцию и для каких целей можно использовать эту характеристику?
6. В чем суть правила аддитивности мольной рефракции, для какой цели его может использовать на практике?
7. Какие лабораторные приборы наиболее часто используют для измерения показателя преломления вещества?
8. Какой принцип положен в основу конструкций рефрактометра Аббе и рефрактометра Пульфриха? В чем отличие рефрактометра Аббе от рефрактометра Пульфриха?
9. Какое значение показателя преломления измеряется на рефрактометре Аббе? Какой конструктивный узел этого прибора обеспечивает измерение данной характеристики?
10. Опишите устройство рефрактометрических приборов, используемых в системах управления технологическими процессами.
10. Какие рефрактометрические характеристики вещества следует использовать для его точной идентификации?
11. В каких случаях для количественного определения концентрации раствора может быть использовано экспериментально измеренное значение показателя преломления?
12. Приведите примеры практического применения рефрактометрии при контроле качества пищевой и промышленной продукции.

Поляриметрический анализ

При изучении данного метода в первую очередь следует понять различия между естественными и поляризованными световыми лучами, разобраться в видах поляризации. Далее необходимо уяснить, чем отличаются оптически активные вещества от оптически неактивных и чем обуславливается оптическая активность вещества, как она зависит от строения вещества, условий измерения угла вращения плоскости поляризации, в особенности от длины волны поляризованного света, температуры, для растворов оптически активных веществ – от растворителя и концентрации раствора. Особое внимание следует уделить изучению устройства лабораторных и промышленных поляриметров и спектрополяриметров, а также аналитическим приложениям поляриметрии и спектрополяриметрии.

Вопросы для самопроверки

1. Что такое плоскость поляризации световой волны?
2. Какие вещества называются оптически активными? Какие типы оптической активности Вы знаете?
3. Какая величина является мерой оптической активности вещества?
4. От каких факторов зависит угол вращения плоскости поляризации оптически активным веществом или его раствором? Приведите математические выражения зависимости удельного вращения плоскости поляризации от влияющих факторов.
5. Зависит ли удельное вращение плоскости поляризации раствора оптически активного вещества от используемого растворителя?
6. Что такое дисперсия оптического вращения? Приведите примеры типичных кривых ДОВ.
7. В чем заключается явление кругового дихроизма?
8. Чем объясняют право- и левостороннее вращение плоскости поляризации луча оптически активными веществами?
9. Какие приборы используются для измерения угла вращения плоскости поляризации?
10. Приведите оптическую схему кругового поляриметра. Опишите функциональное назначение основных его узлов.
11. Зачем необходима установка поляриметра «на темноту»?
12. На каком приборе может быть снята кривая дисперсии оптического вращения?
13. Опишите типичные примеры применения поляриметрического и спектрополяриметрического анализа для контроля качества пищевой и промышленной продукции.

Нефелометрический и турбидиметрический анализ

Основное внимание при изучении этого метода анализа следует уде-

лить законам рассеяния и пропускания света дисперсными системами, физическому смыслу явлений и степени влияния на интенсивность света, рассеянного дисперсной системой или прошедшего через рассеивающую среду, величин, входящих в математические уравнения, описывающие их. Используя знание физических основ нефелометрии и турбидиметрии, следует изучить требования к аналитическим реакциям, используемым при проведении анализа, системам, которые могут анализироваться с использованием данных методов, а также к условиям, которые необходимо поддерживать при проведении анализов. Важно также усвоить принцип действия нефелометра, изучить другую аппаратуру которая может быть использована для проведения нефелометрического и турбидиметрического анализа, и конкретные примеры применения этих методов, аналитические характеристики методик контроля качества сырья и продукции, основанных на них.

Вопросы для самопроверки

1. В чем отличие процесса прохождения света через однородную прозрачную среду от прохождения света через дисперсную систему?
2. Какая величина является аналитическим сигналом при проведении фотонфелометрического анализа?
3. Какая величина является аналитическим сигналом при проведении фототурбидиметрического анализа?
4. Приведите уравнение, описывающее основной закон светорассеяния. Поясните физический смысл величин, входящих в уравнение Релея. Насколько сильно влияет длина волны падающего света на интенсивность рассеянного света?
5. Приведите уравнение, выражающее зависимость интенсивности излучения, проходящего через дисперсную систему, от интенсивности падающего излучения и других влияющих факторов
6. Каким требованиям должны удовлетворять системы, анализируемые нефелометрическим и турбидиметрическим методами?
7. Приведите закон Бугера-Ламберта-Бера.
8. Укажите условия, при которых можно добиться достаточной точности и воспроизводимости нефелометрического и турбидиметрического анализа.
9. Приведите оптическую схему фотонфелометра. Изложите принцип действия этого прибора.
10. Приведите оптическую схему фотоэлектроколориметра. Укажите функции отдельных его узлов. Изложите принцип действия этого прибора.
11. Приведите конкретные примеры применения нефелометрии и турбидиметрии для анализа качества пищевой и промышленной продукции и сырья для ее производства.

Решение типовых задач

ПРИМЕР 1. Из навески $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ массой 0,3260 г приготовили 100,0 мл раствора. В мерные колбы вместимостью 50,0 мл поместили по V мл полученного раствора, добавили к ним стабилизирующий коллоид и серную кислоту для образования PbSO_4 , довели до метки дистиллированной водой и измерили кажущуюся оптическую плотность:

V , мл	2,00	4,00	6,00	8,00	10,00
$D_{\text{каж.}}$	0,65	0,40	0,32	0,27	0,22

Пробу объемом 50,0 мл анализируемой воды разбавили до 200,0 мл и 10,0 мл полученного раствора обработали так же, как и стандартные растворы. Определить концентрацию (г/л) свинца в воде, если кажущаяся оптическая плотность составила 0,53.

Решение. Рассчитаем концентрации стандартных растворов после разбавления:

$$c_1 = \frac{m(\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{Pb}) \cdot V_1}{100,0 \cdot M(\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3(\text{H}_2\text{O} \cdot 50,0))} = \frac{1,78 \cdot 10^{-3} \cdot 2,00}{50,0} = 0,71 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл};$$

$$c_2 = \frac{1,78 \cdot 10^{-3} \cdot 4,00}{50,0} = 1,42 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл};$$

$$c_3 = \frac{1,78 \cdot 10^{-3} \cdot 6,00}{50,0} = 2,13 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл};$$

$$c_4 = \frac{1,78 \cdot 10^{-3} \cdot 8,00}{50,0} = 2,84 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл};$$

$$c_5 = \frac{1,78 \cdot 10^{-3} \cdot 10,00}{50,0} = 3,55 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл}.$$

Строим градуировочный график в координатах $D_{\text{каж.}} - c$ (рис. 1). По графику находим концентрацию свинца $c(\text{Pb}) = 1,00 \cdot 10^{-4}$ г/мл. Рассчитываем массу свинца в 1 л анализируемой воды:

$$c(\text{Pb}) = \frac{1,00 \cdot 10^{-4} \cdot 200,0 \cdot 50,0 \cdot 1000}{10,00 \cdot 50,0} = 2,00 \text{ г/л}.$$

Спектральные методы анализа

При переходе к изучению данного раздела необходимо повторить материал, который изучался в общеобразовательном курсе физики, в особенности в разделах «Строение вещества» и «Оптика», и в курсе общей и неорганической химии в разделе «Строение вещества». При этом основное внимание следует уделить вопросам взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, связи между частотой, длиной волны излучения и изменениями, которые могут происходить в анализируемом веществе под его воздействием. Необходимо уяснить отличия между аналитическими возможностями ме-

тодов атомной и молекулярной, эмиссионной и абсорбционной спектроскопии.

Вопросы для самопроверки

1. На чем основаны спектральные методы анализа?
2. Дайте определения следующим терминам: фотон, длина волны электромагнитного излучения, частота, волновое число, стационарное состояние, энергетические уровни, основное (нормальное) состояние, возбужденное состояние.
3. Какой диапазон длин волн электромагнитного излучения относят к оптической области спектра? Как называют отдельные участки этой спектральной области?
4. К какой области спектра относится излучение с длиной волны : а) 851,4 нм; б) 3,3 см; в) 13800 см^{-1} ; г) 3600 см^{-1} ; д) 183,7 нм; е) $9,25\text{Å}$? Что может происходить при прохождении электромагнитного излучения с указанными длинами волн через вещество?
5. Какие частицы атомов и молекул непосредственно взаимодействуют с излучением оптического диапазона?
6. Что происходит в веществе при его взаимодействии с рентгеновским излучением? Какие частицы атомов и молекул непосредственно взаимодействуют с излучением этого диапазона?
7. Чем отличаются абсорбционные спектры и эмиссионные спектры? В чем отличие молекулярных и атомных спектров с точки зрения их аналитических возможностей?
8. Какие энергетические уровни и переходы обуславливают появление а) атомных спектров; б) молекулярных спектров?
9. Почему оптические молекулярные спектры называются электронно-колебательно-вращательными?
10. Для каких систем характерны а) линейчатые спектры; б) полосатые спектры? Приведите типичный вид таких спектров.
11. Можно ли атомно-абсорбционным методом установить молекулярную структуру химического соединения?
12. Можно ли установить молекулярную структуру химического соединения атомно-эмиссионным методом?
13. Какими спектральными методами можно установить элементный состав анализируемого вещества?
14. Атомный спектр цезия простой и напоминает спектр лития, а спектр железа очень сложный. Дайте качественное объяснение этого различия.
15. Можно ли использовать атомно-флуоресцентный метод для определения элементного состава анализируемого вещества?
16. Какими спектральными методами можно установить молекулярную структуру анализируемого вещества?

17. Какие спектральные линии называются резонансными? Почему резонансные линии чаще всего используют при практическом проведении анализа в качестве аналитических?

18. Какие факторы определяют количество линий в оптических атомных спектрах отдельных химических элементов?

19. Какие факторы определяют количество линий в оптических атомных спектрах многоэлементных объектов исследования?

20. Какие факторы определяют интенсивность линий в оптических атомных спектрах испускания?

21. Какие факторы определяют интенсивность линий в оптических атомных спектрах поглощения?

22. Что такое ширина спектральной линии? От каких факторов зависит ее величина?

Атомно-эмиссионный анализ

Изучение этого раздела следует начать с ознакомления с методами атомизации вещества и возбуждения атомов, обратив внимание на механизмы атомизации в пламени разного состава, электрической дуге, электрической искре, индуктивно- связанной плазме. Необходимо уяснить, как связана энергия возбуждения атомных спектров со строением атомов, разобраться в принципиальной схеме, функциях и устройстве основных узлов атомно-эмиссионного спектрометра, основных характеристиках спектров атомной эмиссии.

Большое внимание следует уделить учебному материалу, посвященному расшифровке спектров атомной эмиссии, методикам качественного и количественного анализа с их использованием, а также вопросам пробоподготовки при проведении анализа, обратив внимание на зависимость выбираемого метода пробоподготовки от состава анализируемой пробы физико-химических характеристик элементов, определяемых в анализируемых пробах.

Вопросы для самопроверки

1. Какие процессы лежат в основе атомно-эмиссионного анализа: а) энергетические переходы внутренних электронов в молекуле; б) энергетические переходы внешних электронов в молекуле; в) энергетические переходы внешних электронов в атомах с возбужденных уровней на более низкие; г) переход внешних электронов в атомах с основного уровня на возбужденные?

2. Какие методы атомизации вещества используются в атомно-эмиссионной спектроскопии?

3. Какой механизм преобладает при атомизации анализируемого вещества в пламени?

4. Какой процесс сопровождает атомизацию вещества?

5. Какие элементы могут атомизироваться и возбуждаться в пламени «пропан–воздух»?
6. Для возбуждения спектров каких элементов может быть использовано пламя «ацетилен–воздух», «ацетилен–оксид азота (I)? В чем заключаются преимущества пламени этих газовых смесей?
7. Какие пробы можно атомизировать дуговым и искровым методами?
8. Какие преимущества имеет атомизация и возбуждение вещества а индуктивно–связанной плазме?
9. В чем заключается возбуждение атомизированного вещества?
10. Насколько стабильно возбужденное состояние и что следует за возбуждением атомизированного вещества?
11. Чем отличается состояние возбуждения атомизированного вещества от состояния ионизации?
12. Приведите блок-схему атомно-эмиссионного спектрометра.
13. Что такое анализатор? Каково его функциональное назначение в атомно-эмиссионном спектрометре?
14. Какие диспергирующие элементы используются для монохроматизации излучения в атомно-эмиссионных спектрометрах?
15. Приведите основные характеристики атомно-эмиссионных спектрометров.
16. Какие детекторы излучения используются в атомно-эмиссионных спектрометрах?
17. Каковы особенности глаза человека как детектора электромагнитного излучения?
18. Какое физическое явление называют фотоэффектом? Какие основные виды фотоэффекта используются в приборах для детектирования электромагнитного излучения?
19. Как устроены фотоэлементы, фотодиоды, фотоэлектронные умножители?
20. Какие детекторы излучения относятся к фотографическим? Как они устроены и действуют? Какие фотоматериалы называют сенсibilизированными?
21. Что называют почернением фотопластинки? В каких пределах изменяется эта величина? Как она измеряется?
22. Что собой представляет характеристическая кривая фотопластинки?
23. Перечислите достоинства и недостатки фотографического детектирования в атомно-эмиссионной спектроскопии.
24. Какие параметры характеризуют спектр атомной эмиссии? От чего зависит количество спектральных линий, их ширина и интенсивность?
25. Как проводится идентификация (отождествление) спектральных линий? Какая характеристика спектральной линии определяет ее принадлежность тому или иному химическому элементу? Какую характеристику вещества при этом определяют?

26. Вывести интерполяционную формулу для расчета длины волны спектральной линии по внешнему стандарту (спектру железа), считая дисперсию спектрального прибора постоянной.

27. С помощью каких источников информации определяется принадлежность отдельных спектральных линий в спектре анализируемой пробы конкретным химическим элементам?

28. Опишите структуру атласов атомных спектров и таблиц спектральных линий.

29. Какие спектральные линии называют последними.

30. Как определяется интенсивность характеристических спектральных линий в спектрах атомной эмиссии

– при фотоэлектрическом детектировании?

– при фотографическом детектировании?

31. Приведите уравнение Ломакина-Шейбе и его графическое изображение.

32. Перечислите и опишите методы полуколичественного атомно-эмиссионного анализа.

33. В чем сущность полуколичественного метода появления и усиления спектральных линий?

34. В чем сущность полуколичественного метода сравнения?

35. В чем сущность полуколичественного метода гомологических пар?

36. Перечислите и опишите методы точного количественного атомно-эмиссионного анализа.

37. Какой из методов количественного атомно-эмиссионного анализа дает наиболее точные результаты: а) метод постоянного графика; б) метод трех эталонов; в) метод одного эталона?

38. Какие методы пробоподготовки можно использовать при проведении элементного анализа атомно-эмиссионной спектроскопией?

39. Приведите конкретные примеры применения атомно-эмиссионной спектроскопии при контроле качества пищевой и промышленной продукции.

Решение типовых задач

ПРИМЕР 1. Для определения длины волны аналитической спектральной линии λ_x в спектре атомной эмиссии анализируемой пробы были выбраны две линии в спектре железа с известными длинами волн: $\lambda_1 = 325,436$ и $\lambda_2 = 328,026$ нм. По измерительной шкале микроскопа были получены следующие значения расстояний между спектральными линиями: $b_1 = 1,01$ мм; $b_2 = 0,35$; $a = 1,36$ мм (b_1 – расстояние между линией железа λ_1 и идентифицируемой линией на шкале микроскопа λ_x ; b_2 – расстояние между идентифицируемой линией λ_x линией железа λ_1 и линии железа λ_2 на шкале микроскопа; a – расстояние между линиями железа λ_1 и λ_2 на шкале микроскопа. Како-

ва длина волны идентифицируемой линии в спектре анализируемого образца?

Решение. Так как выбранные линии железа λ_1 и λ_2 находятся соответственно слева и справа от интересующей линии, для расчета используем уравнение:

$$\lambda_x = \lambda_2 - \frac{b_2}{a}(\lambda_2 - \lambda_1)$$

Подставляем соответствующие числовые значения в уравнение и находим значение λ_x :

$$\lambda_x = 328,026 - \frac{0,35}{1,36}(328,026 - 325,426) = 327,3569 \text{ нм}$$

Проверку правильности произведенных расчетов необходимо провести по интерполяционной формуле, аналогичной предыдущей, с использованием параметров спектральной линии λ_1 :

$$\lambda_x = \lambda_1 + \frac{b_1}{a}(\lambda_2 - \lambda_1)$$

ПРИМЕР 2. При анализе стали на хром по методу трех эталонов было измерено почернение S линий гомологической пары ($\lambda_{Cr} = 279,216$ нм и $\lambda_{Fe} = 279,388$ нм) в спектрах эталонов и в исследуемом спектре. Рассчитать массовую долю (%) хрома по следующим данным:

Параметр	Эталон			Анализируемый образец
	1	2	3	
$\omega_{Cr}, \%$	0,50	1,23	4,17	?
S_{Cr}	0,07	0,37	0,86	0,61
S_{Fe}	0,27	0,23	0,27	0,25

Решение. В методе трех эталонов используется зависимость разности почернений ΔS линий гомологической пары от логарифма концентрации определяемого элемента.

По показателям измерительной шкалы микрофотометра находим значения ΔS ($\Delta S = S_{Cr} - S_{Fe}$) для трех эталонов:

$$\Delta S_1 = 0,07 - 0,27 = -0,20;$$

$$\Delta S_2 = 0,37 - 0,23 = 0,14;$$

$$\Delta S_3 = 0,86 - 0,27 = 0,59.$$

Определяем логарифмы массовых долей (%): $\lg \omega_x = -0,30$; $\lg \omega_2 = 0,09$; $\lg \omega_3 = 0,62$ и строим градуировочный график и координатах $\Delta S - \lg \omega$ (рис. 11.1).

Находим значение ΔS для анализируемого образца: $\Delta S_X = 0,61 - 0,25 = 0,36$ и по градуировочному графику определяем $\lg \omega_{Cr}$ и ω_{Cr} в образце: $\lg \omega_{Cr} = 0,35$ % и $\omega_{Cr} = 2,24$ %

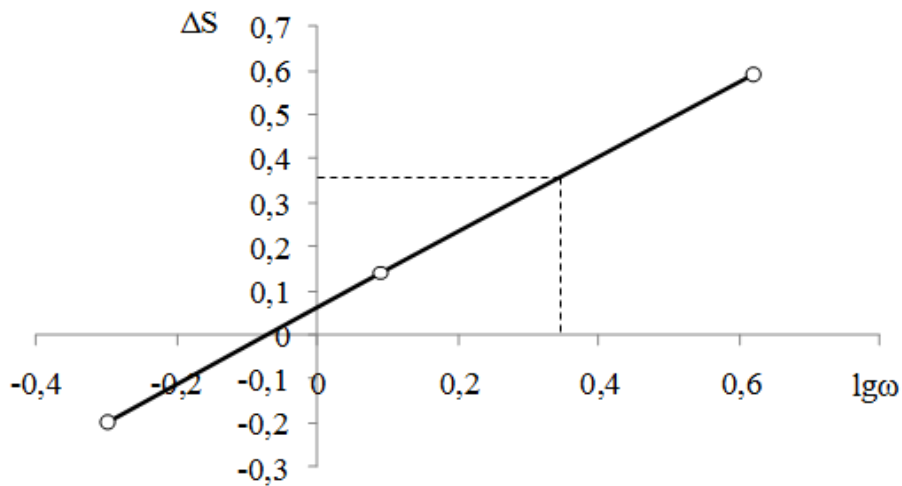


Рис. 1. Определение массовой доли (%) Cr методом трех эталонов

ПРИМЕР 3. Для построения постоянного (или твердого) графика при определении олова в бронзе на одной пластине были сфотографированы спектры четырех эталонов и получены следующие результаты:

Эталон	1	2	3	4
$\Delta S = S_{Sn} - S_{Cu}$	0,690	0,772	0,831	0,910
$\omega_{Sn}, \%$	6,23	8,02	9,34	11,63

Спектр одного из эталонов был снят через трехступенчатый ослабитель; при этом для линии Sn с длиной волны 286,332 нм разность почернений двух ступеней ($\Delta S_{ступ}$) оказалась равной 1,065. Спектр анализируемого образца был снят на другой пластинке также через трехступенчатый ослабитель, и получили следующие результаты: разность почернений двух ступеней линии Sn $\Delta S'_{ступ} = 0,925$ и разность почернений пары Sn – Cu $\Delta S'_X = 0,695$.

Определить массовую долю (%) олова в образце.

Решение. Находим логарифм массовой доли Sn:

$$\lg \omega_1 = 0,795; \quad \lg \omega_3 = 0,970;$$

$$\lg \omega_2 = 0,904; \quad \lg \omega_4 = 1,005$$

Строим градуировочный график в координатах $\Delta S - \lg \omega$ (рис.2).

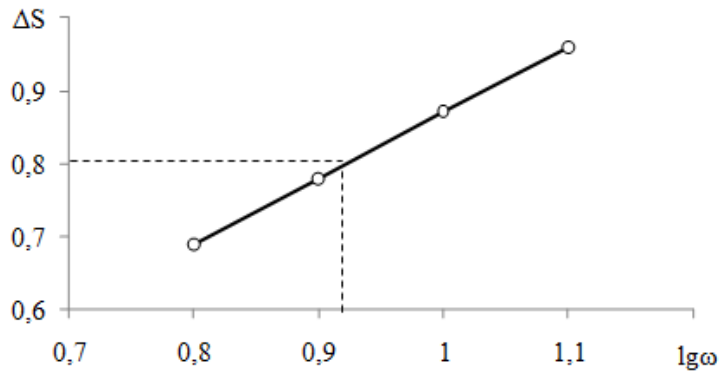


Рис. 2. Определение массовой доли (%) Sn методом твердого графика

Определяем переводной множитель k , позволяющий использовать постоянный график для анализа образцов, спектры которых получены на разных пластинках:

$$\frac{\Delta S_{\text{стун}}}{\Delta S'_{\text{стун}}} = \frac{\gamma}{\gamma'} = k,$$

где γ и γ' — коэффициенты контрастности пластинок со спектрами эталонов и анализируемого образца соответственно.

Подставляем числовые значения: $k = 1,065/0,925 = 1,151$. Находим значение разности почернений линий гомологической пары анализируемого образца с учетом переводного множителя:

$$\Delta S_X = k \Delta S'_X = 1,151 \cdot 0,695 = 0,800$$

По градуировочному графику находим

$$\lg \omega_x = 0,933 \quad \text{и} \quad \omega_{\text{Sn}} = 8,57 \%$$

ПРИМЕР 4. При анализе алюминиевого сплава на кремнии по методу одного эталона получили почернение S линий гомологической пары в спектрах эталона при $\omega_{\text{Si}} = 0,95 \%$; $S_{\text{Al}} = 0,37$ и $S_{\text{Si}} = 1,09$. Для анализируемого образца получили $S_{\text{Al}} = 0,34$ и $S_{\text{Si}} = 0,86$. Определить массовую долю кремния в образце, если $\Delta S = 0$ при $\omega_{\text{Si}}^0 = 0,45 \%$.

Решение. В методе одного эталона градуировочный график в координатах $\Delta S = \lg \omega$ строим лишь по двум точкам, одна из которых известна заранее: $\Delta S = 0$ при $\lg \omega_{\text{Si}}^0 = \lg 0,45 = -0,35$.

По данным фотометрирования находим координаты второй точки и строим градуировочный график (рис. 3):

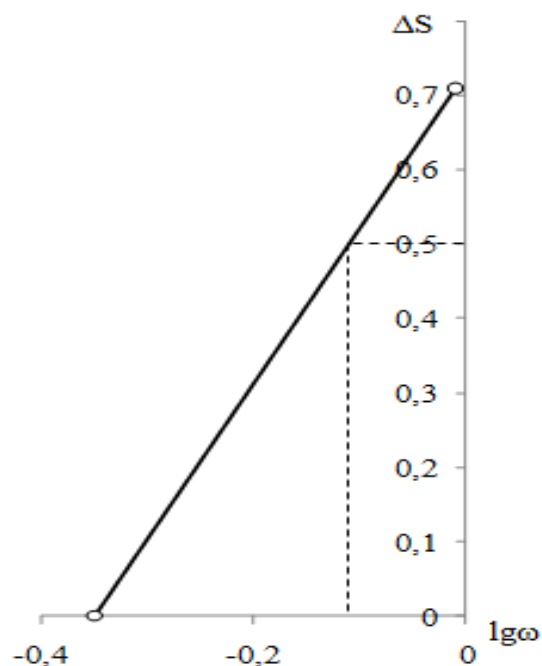


Рис. 3. Определение массовой доли (%) Si методом одного эталона

$$\Delta S_1 = S_{\text{Si}} - S_{\text{Al}} = 1,09 - 0,37 = 0,72;$$

$$\lg \omega_1 = \lg 0,95 = -0,02.$$

Определяем ΔS_x для исследуемого образца: $\Delta S_x = 0,86 - 0,34 = 0,52$ и с помощью графика находим содержание кремния: $\lg \omega_x = -0,11$, что соответствует $\omega_{\text{Si}} = 0,78\%$.

Атомно-флуоресцентный анализ

В первую очередь при изучении атомно-флуоресцентного метода следует помнить, что этот метод является разновидностью атомной спектроскопии испускания, имеющей ту же физическую природу возникновения атомных спектров, но отличающегося от атомно-эмиссионной спектроскопии некоторыми особенностями атомизации и возбуждения анализируемого вещества при его проведении. Необходимо также выяснить, какие преимущества и недостатки имеет этот метод по сравнению с другими методами атомной спектроскопии.

Вопросы для самопроверки

1. Какой метод атомизации анализируемого вещества чаще всего используется при проведении атомно-флуоресцентного анализа?
2. В чем отличие возбуждения анализируемого вещества в атомно-флуоресцентной спектроскопии от аналогичного этапа атомно-эмиссионной

спектроскопии? Какие преимущества такой способ возбуждения спектра имеет?

3. Какие источники возбуждения спектра используют в атомно-флуоресцентных спектрометрах?

4. Перечислите преимущества атомно-флуоресцентного анализа по сравнению с другими методами оптической атомной спектроскопии.

5. Перечислите недостатки атомно-флуоресцентного анализа по сравнению с другими методами оптической атомной спектроскопии.

Атомно-абсорбционный анализ

Приступая к изучению атомно-абсорбционного анализа, необходимо путем сравнения изменений энергетического состояния валентных электронов, регистрируемых при испускании и поглощении электромагнитного излучения в атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектроскопии соответственно, сосредоточить внимание на преимуществах атомно-абсорбционной спектроскопии. Обратите также внимание на отличия, которые имеются в принципиальной схеме атомно-абсорбционного спектрометра по сравнению с атомно-эмиссионным спектрометром, в способах возбуждения спектров атомной абсорбции и атомной эмиссии. Необходимо обратить внимание на конструкции и основные характеристики источников излучения и других основных узлов приборов, используемых в атомно-абсорбционной спектроскопии. Необходимо также понять важность правильного выбора способа пробоподготовки, выбора условий и методик анализа, учета мешающих влияний при проведении атомно-абсорбционного анализа.

Вопросы для самопроверки

1. Какие электронные переходы регистрируются в атомно-абсорбционной спектроскопии?

2. Приведите принципиальную схему атомно-абсорбционного спектрометра. В чем ее отличия от схемы атомно-эмиссионного спектрометра?

3. Какие источники излучения используются в атомно-абсорбционных спектрометрах? Какие требования предъявляются к таким источникам?

4. Конструкция, принцип действия и основные характеристики ламп с полым катодом.

5. Конструкция, принцип действия и основные характеристики безэлектродных газоразрядных ламп.

6. Какие методы атомизации используются в атомно-абсорбционной спектроскопии?

7. Какие условия используются при проведении пламенной атомизации вещества в атомно-абсорбционном анализе?

8. Какие условия используются при проведении электротермической атомизации вещества в атомно-абсорбционном анализе?
9. Какие оптические схемы используются в атомно-абсорбционных спектрометрах?
10. Назначение и типы монохроматоров, используемых в атомно-абсорбционных спектрометрах.
11. Какие детекторы излучения используются в атомно-абсорбционных спектрометрах?
12. Как проводится количественный анализ по спектрам атомной абсорбции?
13. Приведите максимально достижимую величину предела обнаружения атомно-абсорбционной спектроскопии.
14. Какие методы используются при подготовке проб в атомно-абсорбционном анализе?
15. Приведите аналитические приложения атомно-абсорбционной спектроскопии.
16. Как проводится определение металлов в воде атомно-абсорбционной спектроскопией?
17. Какие методы пробоподготовки используются при проведении анализа металлов и сплавов?
18. При анализе каких объектов приходится использовать при пробоподготовке методы спекания или сплавления? В чем суть этих методов?
19. Какие методы пробоподготовки используются при проведении анализа пищевых продуктов на содержание неорганических компонентов?

Решение типовых задач

ПРИМЕР 1. При определении марганца в сплаве методом добавок навеску массой 0,5000 г растворили и разбавили раствор до 200,0 мл. Отобрали четыре одинаковые порции раствора и к каждой порции добавили равные объемы стандартных растворов марганца, содержащих 0; 2; 4; 6 мкг/мл Mn.

На атомно-абсорбционном спектрофотометре измерили оптическую плотность анализируемых растворов для аналитической линии марганца 279,48 нм, распыляя растворы в пламени ацетилен – воздух, и получили соответственно 0,225; 0,340; 0,455; 0,570. Вычислить массовую долю (%) марганца в сплаве.

Решение. Принимаем концентрацию исследуемого раствора равной c_x . Тогда концентрации измеряемых растворов равны: $c_x/2$, $(c_x/2) + 1$, $(c_x/2) + 2$, $(c_x/2) + 3$ мкг/мл. На оси абсцисс произвольно выбираем точку $c_x/2$ и откладываем от нее точки $(c_x/2) + 1$, $(c_x/2) + 2$, $(c_x/2) + 3$. Для построения градуировочного графика по оси ординат откладываем соответствующие точкам значения оптической плотности A . Считая, что зависимость $A - c$ линейна, экст-

раполируем построенную по четырем точкам прямую до пересечения с осью абсцисс, как это показано на рис.4.

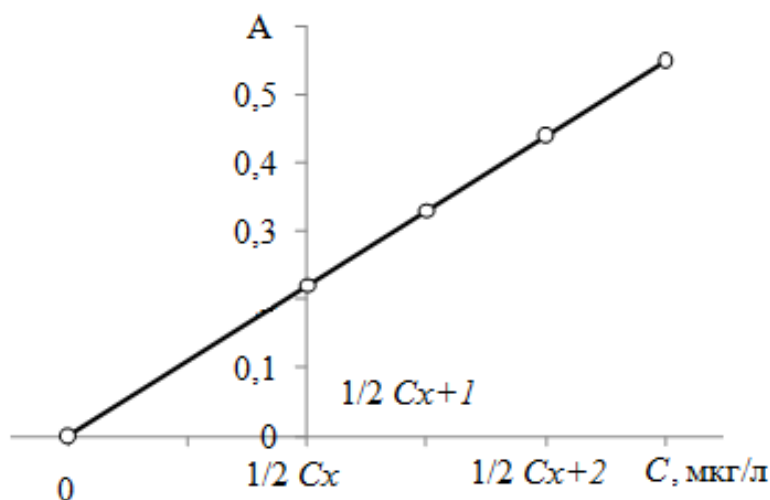


Рис. 4. Определение марганца методом добавок

Длина отрезка от 0 до $c_x/2$ соответствует $c_x/2 = 2$ мкг/мл. Следовательно, $c_x = 4$ мкг/мл.

Вычисляем массовую долю (%) марганца в сплаве:

$$\omega_{Mn} = (4,0 \cdot 200,0 \cdot 10^{-6} \cdot 100) / 0,5 = 0,16 \%$$

Рентгеноспектральный анализ

При изучении рентгеноспектрального анализа в первую очередь следует усвоить, что этот метод, хотя и является методом элементного анализа, по своей физической природе существенно отличается от других атомных спектральных методов. Рентгеновские спектры могут быть получены, когда на стадии возбуждения спектра в атоме определяемого элемента образуется вакансия на одной из внутренних электронных орбиталей этого атома, благодаря чему нет необходимости атомизировать анализируемое вещество. Следует также изучить устройство рентгеновской трубки и других источников возбуждения рентгеновских спектров, усвоить такие понятия, как тормозное и характеристическое рентгеновское излучение, порог поглощения, разобраться в принятой системе обозначения рентгеновских спектральных линий. Необходимо рассмотреть взаимосвязь между положением спектральной линии на частотной шкале и характером энергетических переходов на внутренних электронных оболочках, а также усвоить закономерности, лежащие в основе качественного и количественного рентгеноспектрального анализа. Рекомендуется обратить внимание на конструктивные особенности основных узлов рентгеновских спектрометров, а также на варианты практического выполнения рентгеноспектрального анализа.

Вопросы для самопроверки

1. Какова природа характеристических спектров химических элементов в рентгеновском диапазоне?
2. Проводится ли атомизация вещества при проведении рентгеноспектрального анализа?
3. Что необходимо, чтобы обеспечить эмиссию рентгеновского излучения анализируемым веществом?
4. Что происходит в исследуемом веществе при его взаимодействии потоком ускоренных электронов или с электромагнитным излучением рентгеновского диапазона?
5. Опишите, какие методы используются для возбуждения рентгеновских спектров.
6. Приведите принципиальную схему рентгеновской трубки и опишите принцип ее действия.
7. Почему спектр испускания рентгеновской трубки содержит не только характеристические линии материала анода, но и непрерывную составляющую?
8. Опишите систему обозначения характеристических рентгеновских спектральных линий.
9. Чем определяется положение коротковолнового края тормозного излучения? Зависит ли эта характеристика от природы материала анода рентгеновской трубки или расположенного на нем анализируемого вещества?
10. Какие устройства предназначены для диспергирования рентгеновского излучения? На каком законе основан их принцип действия?
11. Какие устройства используются для детектирования рентгеновского излучения? Опишите принцип их действия .
12. Какой закон лежит в основе качественного рентгеноспектрального анализа?
13. Чем определяется интенсивность характеристических рентгеновских спектральных линий? Как проводится количественный рентгеноспектральный анализ?
14. Опишите схему проведения рентгено-эмиссионного анализа.
15. Опишите схему проведения рентгено-флуоресцентного анализа.
16. Опишите схему проведения рентгено-абсорбционного анализа.
17. Какие преимущества рентгеноспектрального анализа являются наиболее существенными?
18. Приведите примеры практического применения рентгеноспектрального анализа.

Решение типовых задач

Пример 1. Длина волны излучения Na K_α равна 1,191 нм. Рассчитайте длину волны излучения Mg K_α .

Решение.

Воспользуемся законом Мозли:

$$\nu = \frac{2\pi^2 m_e e^4 (Z - \xi)^4}{h^3} \left[\frac{1}{n_0^2} - \frac{1}{n_1^2} \right].$$

Запишем соответствующие выражения для излучения Na K_α и Mg K_α . Поделив одно равенство на другое, получим

$$\frac{\nu_{Na}}{\nu_{Mg}} = \frac{(Z_{Na} - \xi_{Na})^2}{(Z_{Mg} - \xi_{Mg})^2}.$$

Поскольку натрий и магний – два s -элемента, атомные номера которых отличаются всего на единицу, полученную формулу можно упростить:

$$\frac{\nu_{Na}}{\nu_{Mg}} \approx \left(\frac{Z_{Na}}{Z_{Mg}} \right)^2.$$

Перепишем это выражение, используя формулу $\nu = c/\lambda$:

$$\frac{\lambda_{Mg}}{\lambda_{Na}} = \left(\frac{Z_{Na}}{Z_{Mg}} \right)^2.$$

Отсюда

$$\lambda_{Mg} = 1,191 \left(\frac{11}{12} \right)^2 = 1,00 \text{ нм}.$$

Истинное значение длины волны спектральной линии Mg K_α равно 0,989 нм.

Пример 2. Можно ли для возбуждения рентгено-флуоресцентного излучения Cu K_α использовать излучение Au L_α (90,1276 нм)?

Решение. Для возбуждения флуоресцентного излучения Cu K_α необходимо ионизировать K -уровень атома меди, т.е. $1s$ -оболочку. Следовательно, энергия первичного рентгеновского кванта должна превышать энергию связи электрона на $1s$ -оболочке атома меди – 8979 эВ. Рассчитаем энергию квантов излучения золота L_α , используя формулы

$$E_{\text{изл.}} = E_0 - E_1 = h\nu \quad \text{и} \quad \nu = hc/\lambda.$$

$$E_{AuL_\alpha} = h\nu = \frac{hc}{\lambda} = \frac{4,136 \cdot 10^{-15} [\text{эВ} \cdot \text{с}] \cdot 2,998 \cdot 10^{17} [\text{нм} / \text{с}]}{0,1276 [\text{нм}]} = 97189 (\text{эВ})$$

Молекулярная спектроскопия поглощения излучения УФ– и видимого диапазона

Приступая к изучению методов молекулярной спектроскопии необходимо обратить внимание на электронно-колебательно-вращательную или колебательно-вращательную (в зависимости от энергии электромагнитного излучения, взаимодействующего с веществом) природу спектров вещества, находящегося в молекулярном состоянии, и, в связи с этим, на отличия в виде соответствующих спектров. Необходимо установить, какие изменения происходят в состоянии молекулярных орбиталей при поглощении веществом электромагнитного излучения оптического диапазона, как отражаются происходящие в молекуле энергетические переходы на положении спектральных линий. При изучении спектроскопии поглощения в УФ– и видимой области необходимо усвоить такие понятия, как хромофорная и ауксохромная группы, гипсохромный и батохромный сдвиги, гипсохромный и гиперхромный эффект, повторить закон Бугера–Ламберта–Бера, условия его соблюдения и причины отклонения от линейности, разобраться в различиях между колориметрическим, фотометрическим и спектрофотометрическим методами анализа.

Следует также изучить особенности приборов, используемых для получения электронных спектров поглощения, возможности и условия использования данного спектрального метода для идентификации веществ и количественного их определения, включая спектрофотометрическое титрование и анализ многокомпонентных систем.

Вопросы для самопроверки

1. Почему энергетические переходы, наблюдающиеся при поглощении электромагнитного излучения УФ- и видимого диапазона, называются электронно–колебательно–вращательными?
2. Что изменяется в состоянии молекулярных орбиталей при поглощении электромагнитного излучения УФ– и видимого диапазона?
3. Какой вид имеет и какими параметрами характеризуется спектр поглощения вещества в УФ– и видимой области?
4. Как зависит положение максимумов полос поглощения в спектрах данного диапазона от характера химических связей в хромофорных группах?
5. Что характеризуют понятия «хромофорная группа», «ауксохромная группа»?
6. Что характеризуют понятия «гипсохромный сдвиг», «батохромный сдвиг», «гипохромный эффект», «гиперхромный эффект»?
7. Что такое молярный коэффициент экстинкции?
8. Приведите математическое выражение основного закона светопоглощения. Какие причины могут привести к отклонению от этого закона?

9. Какие приборы используются для проведения фотометрического анализа? Приведите блок-схему приборов и опишите принцип их действия.

10. Охарактеризуйте возможности фотометрии

- для качественной идентификации веществ;
- для количественного определения их содержания.

11. Охарактеризуйте варианты фотометрического титрования. Можно ли провести количественное определение компонентов смеси веществ, используя фотометрический анализ? Изложите метод Аллена и метод Фирордта.

Решение типовых задач

Пример 1. После растворения 0,2500 г стали раствор разбавили до 100,0 мл. В три колбы вместимостью 50,0 мл раствор разбавили до 100,0 мл. В три колбы вместимостью 50,0 мл поместили по 25,00 мл этого раствора и добавили в первую колбу стандартный раствор, содержащий 0,50 мг Ti, и растворы H_2O_2 и H_3PO_4 , во вторую – растворы H_2O_2 и H_3PO_4 , в третью – раствор H_3PO_4 (нулевой раствор). Растворы разбавили до метки и фотометрировали два первых раствора относительно третьего. Получили значения оптической плотности $A_{x+ст} = 0,650$, $A_x = 0,250$.

Рассчитать массовую долю (%) титана в стали.

Решение. Определяем концентрацию титана, добавленного со стандартным раствором:

$$c_{ст} = \frac{0,50}{50,00} = 1,00 \cdot 10^{-2} \text{ мг / мл.}$$

где 0,50 мг – масса добавленного титана; 50,00 мл – объем раствора.

Вычисляем концентрацию титана по формуле

$$c_x = c_{ст} \frac{A_x}{A_{x+ст} - A_x}; c_x = 1,00 \cdot 10^{-2} \frac{0,250}{0,650 - 0,250} = 6,25 \cdot 10^{-3} \text{ мг / мл.}$$

Определяем массу титана во взятой навеске:

$$m = \frac{6,25 \cdot 10^{-3} \cdot 50,00 \cdot 100,00}{25,00} = 1,25 \text{ мг} = 1,25 \cdot 10^{-3} \text{ г}$$

и рассчитываем его массовую долю (%):

$$\omega_{Ti} = \frac{1,25 \cdot 10^{-3} \cdot 100}{0,2500} = 0,50\%.$$

Пример 2. Из навески стали массой 0,2542 г после соответствующей обработки получили 100,0 мл раствора, содержащего диметилглиоксимат никеля. Оптическая плотность этого раствора относительно раствора сравнения, содержащего 6,00 мг Ni в 100,0 мл, равна 0,440. Для построения градуировочного графика взяли три стандартных раствора с содержанием 4,00; 8,00; 10,00 мг никеля в 100,0 мл и получили при тех же условиях относительные оптические плотности соответственно -0,240; 0,240; 0,460.

Вычислить массовую долю (%) никеля в стали.

Решение. $c_x > c_{\text{сравнения}}$, то $A_x > A_{\text{сравнения}}$ и $A_{\text{отн}} = A_x - A_{\text{сравнения}}$ положительна. При $c_x < c_{\text{сравнения}}$ относительная оптическая плотность отрицательна.

Строим градуировочный график в координатах «значения относительных оптических плотностей – концентрация растворов никеля» (рис.5).

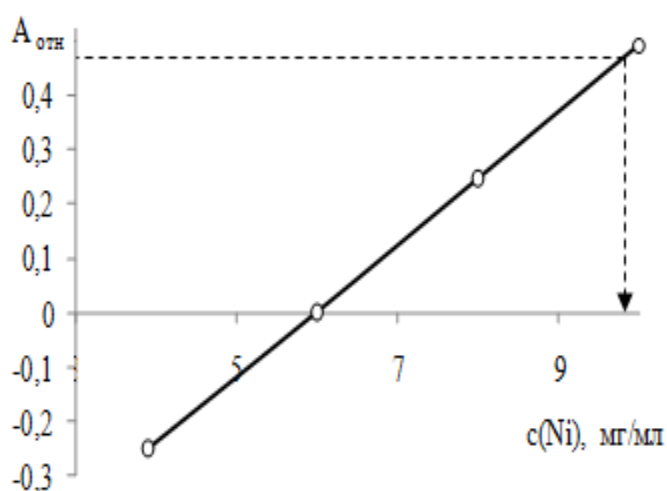


Рис. 5. Определение никеля методом дифференциальной фотометрии.

По графику находим $c_x = 9,80$ мг Ni / 100 мл, соответствующую $A_x = 0,440$, и рассчитываем массовую долю (%) никеля в стали:

$$\omega_{Ni} = \frac{9,80 \cdot 10^{-3} \cdot 100}{0,2542} = 3,86\%.$$

Пример 3. После соответствующей обработки навески стали массой 0,2025 г получили 100,0 мл раствора, содержащего ионы MnO_4^- и $Cr_2O_7^{2-}$, и измерили оптическую плотность этого раствора при использовании светофильтров $\lambda_{эфф} = 533$ нм и $\lambda_{эфф} = 432$ нм. Для построения градуировочных графиков в мерные колбы вместимостью 100,0 мл поместили 10,00; 15,00; 20,00 мл стандартного раствора перманганата [T(Mn) = 0,0001090] или дихромата [T(Cr) = 0,001210] и разбавленные до метки растворы фотометрировали при тех же светофильтрах.

Рассчитать массовую долю (%) марганца и хрома в стали по следующим данным:

Параметр	Стандартные растворы						Исследуемый раствор
	KMnO ₄			K ₂ Cr ₂ O ₇			
V, мл	10,00	15,00	20,00	10,00	15,00	20,00	–
A ₅₃₃	0,230	0,350	0,470	0	0	0	0,320
A ₄₃₂	0,100	0,140	0,180	0,430	0,600	0,760	0,720

Решение. Рассчитываем концентрации стандартных растворов после разбавления:

$$c_1(Mn) = \frac{TV_1}{100} = \frac{0,0001090 \cdot 10,00}{100,0} = 1,09 \cdot 10^{-5} \text{ г/мл};$$

$$c_2(Mn) = \frac{0,0001090 \cdot 15,00}{100,0} = 1,64 \cdot 10^{-5} \text{ г/мл};$$

$$c_3(Mn) = \frac{0,0001090 \cdot 20,00}{100,0} = 2,18 \cdot 10^{-5} \text{ г/мл};$$

$$c_1(Cr) = \frac{0,001210 \cdot 10,00}{100,0} = 1,21 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл};$$

$$c_2(Cr) = \frac{0,001210 \cdot 15,00}{100,0} = 1,82 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл};$$

$$c_3(Cr) = \frac{0,001210 \cdot 20,00}{100,0} = 2,42 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл}.$$

Строим градуировочные графики в координатах $A - c$, используя данные по светопоглощению перманганата калия при 533 и 432 нм и дихромата только при 432 нм (рис.6).

Рис. 6. Определение хрома и марганца при их совместном присутствии в исследуемом образце.

Так как при 533 нм $A_{cm} \cong A_{Mn}$, то по градуировочному графику (кривая 1) находим $c(Mn) = 1,50 \cdot 10^{-5}$ г/мл. Массовая доля (%) марганца в стали равна:

$$\omega_{Mn} = \frac{1,50 \cdot 10^{-5} \cdot 100,0100,0}{0,2025} = 0,74\%$$

При 432 нм $A_{\text{см}} = A_{\text{Mn}} + A_{\text{Cr}}$. По градуировочному графику (кривая 2) находим концентрацию хрома $c(\text{Cr})$ находим A_{Mn} , используя значение $c(\text{Mn}) = 1,50 \cdot 10^{-5}$ г/мл:

$$A_{\text{Mn}} = 0,130. \text{ Вычисляем } A_{\text{Cr}} = A_{\text{см}} - A_{\text{Mn}} = 0,720 - 0,130 = 0,590.$$

По градуировочному графику (кривая 3) находим концентрацию хрома $c(\text{Cr}) = 1,77 \cdot 10^{-4}$ г/мл и рассчитываем массовую долю (%) хрома:

$$\omega_{\text{Cr}} = \frac{1,77 \cdot 10^{-4} \cdot 100,0 \cdot 100}{0,2025} = 8,74\%.$$

Пример 4. Молярные коэффициенты светопоглощения моноэтиламина при 785 и 728 см^{-1} составляют $\epsilon_{785,1} = 1,67$ и $\epsilon_{728,1} = 0,0932$, а диэтиламина $\epsilon_{785,2} = 0,446$ и $\epsilon_{728,2} = 0,117$.

Вычислить концентрации (моль/л) моно- и диэтиламина в техническом триэтилаmine, если измеренные при тех же условиях значения оптической плотности при $l = 1,0$ см равны $A_{785} = 0,525$, $A_{728} = 0,715$.

Решение. Оптические плотности смеси моно- и диэтиламина равны:

$$A_{785} = \epsilon_{785,1}c_1 + \epsilon_{785,2}c_2;$$

$$A_{728} = \epsilon_{728,1}c_1 + \epsilon_{728,2}c_2,$$

где c_1 и c_2 – концентрации моно- и диэтиламина.

Решаем систему уравнений относительно c_1 и c_2 :

$$c_1 = \frac{\epsilon_{785,2}A_{728} - \epsilon_{728,2}A_{785}}{\epsilon_{728,1}\epsilon_{785,2} - \epsilon_{728,2}\epsilon_{785,1}};$$

$$c_2 = \frac{\epsilon_{728,1}A_{785} - \epsilon_{785,1}A_{728}}{\epsilon_{728,1}\epsilon_{785,2} - \epsilon_{728,2}\epsilon_{785,1}}.$$

Вычисляем концентрацию моно- и диэтиламина:

$$c_1 = \frac{0,446 \cdot 0,715 - 1,17 \cdot 0,525}{0,0932 \cdot 0,446 - 1,17 \cdot 1,67} = 0,298 \text{ моль / л};$$

$$c_2 = \frac{0,932 \cdot 0,525 - 1,67 \cdot 0,715}{0,0932 \cdot 0,446 - 1,17 \cdot 1,67} = 0,586 \text{ моль / л}.$$

ИК–спектроскопия

При изучении спектроскопии поглощения в ИК–области в первую очередь необходимо обратить внимание на физическую природу ИК–спектров, выяснить, какие вещества способны поглощать ИК–излучение, какие правила отбора существуют в ИК–спектроскопии. Необходимо уяснить, какие коле-

бания относят к деформационным, а какие – к валентным, усвоить взаимосвязь между характером колебаний и положением соответствующих спектральных полос на частотной шкале, связь интенсивности спектральных полос и полярностью соответствующих химических связей в молекуле вещества. Обратите внимание также на то, какие источники информации следует использовать при интерпретации спектров. Следует также изучить возможности ИК–спектроскопии для идентификации веществ, определения их количественного содержания и использования ИК–спектроскопии в контроле качества продукции. При этом необходимо обратить внимание на особенности подготовки образцов анализируемых веществ к регистрации ИК–спектров и особенности некоторых конструктивных узлов ИК–спектрометров.

Вопросы для самопроверки

1. Приведите частотные (см^{-1}) и энергетические (Дж/моль) параметры ИК-излучения. Сравните эти параметры с соответствующими характеристиками УФ– и видимого света. Как различия в этих характеристиках отражаются на процессах, происходящих в исследуемом веществе при его взаимодействии с электромагнитным излучением.

2. Какие изменения происходят в веществе при пропускании через него электромагнитного излучения инфракрасного диапазона?

3. Сформулируйте правила отбора, функционирующие в ИК-спектроскопии.

4. В какой системе координат изображаются ИК–спектры? Какой типичный вид имеют ИК–спектры многоатомных молекул?

5. Какими параметрами характеризуются ИК спектры индивидуальных веществ?

6. Что означают понятия

– «характеристическая частота поглощения»?

– скелетная полоса?

7. Какие растворители можно использовать для приготовления растворов анализируемых веществ?

8. В чем состоит метод прессования таблетки при подготовке образца для получения ИК-спектра?

9. Сформулируйте основные отличия ИК-спектрометров от других абсорбционных спектрометров.

10. Опишите порядок установления идентичности анализируемого вещества и вещества известного строения по их ИК-спектрам.

11. Опишите порядок определения структуры неизвестного вещества по ИК-спектру

12. Как проводится ИК-спектроскопический анализ смеси веществ?

13. Опишите методы количественного ИК–спектрометрического анализа.

14. Приведите конкретные примеры применения ИК-спектроскопии для контроля качества продукции.

Люминесцентный анализ

При изучении люминесцентного анализа необходимо усвоить, что этот метод относится к методам эмиссионной спектроскопии. Следует выяснить, какими способами может быть возбуждено люминесцентное свечение, в чем отличие флуоресценции от фосфоресценции, как различается люминесценция по механизму возникновения свечения. Необходимо выяснить как выглядят типичные спектры люминесценции, в чем заключается закон Стокса–Ломмеля, что такое квантовый и энергетический выход люминесценции. Особое внимание следует уделить возможностям использования люминесцентного свечения для идентификации и количественного определения анализируемого вещества. При этом очень внимательно следует проработать материал, касающийся влияния на интенсивность люминесценции таких факторов, как концентрация люминесцирующего вещества, температура, pH среды, наличие примесей, поскольку эти факторы наиболее существенно сказываются на точности результатов количественного анализа.

Вопросы для самопроверки

1. В чем состоит явление люминесценции?
2. Какими способами может быть возбуждено люминесцентное свечение ?
3. В чем отличие флуоресценции от фосфоресценции?
4. Как различается люминесценция по механизму возникновения свечения ?
5. Как выглядит типичный спектр люминесценции молекулярного вещества?
6. В чем заключается закон Стокса–Ломмеля?
7. Что такое квантовый и энергетический выход люминесценции? Какому закону подчиняется зависимость энергетического выхода люминесценции от длины волны возбуждающего света?
8. Назовите факторы, оказывающие влияние на интенсивность люминесценции.
9. Сформулируйте закон Вавилова.
10. Что такое концентрационное гашение люминесценции? Объясните причины явления.
11. Как влияет на интенсивность люминесценции температура?
12. Какое влияние может оказывать на интенсивность люминесценции наличие примесей в анализируемом веществе?
13. Каковы особенности метода люминесцентного титрования? Что представляют собой люминесцентные индикаторы и в каких случаях они применяются?

14. Назовите основные узлы приборов люминесцентного анализа. Приведите принципиальную схему люминесцентного фотометра.
15. Опишите использование люминесцентного свечения вещества для его идентификации и количественного определения.
16. Почему при проведении люминесцентного анализа предъявляются повышенные требования к чистоте реактивов и посуды?

Решение типовых задач

ПРИМЕР 1. При анализе пробы массой 0,9816 г на содержание кобальта хемилюминесцентным фотографическим методом на одну пластинку снимали свечение пробы анализируемого раствора, стандартов и холостого опыта. В ячейки кюветы помещали по 0,5 мл раствора соли кобальта, для устранения мешающего действия катионов Cu и Fe прибавляли салицилат натрия и одинаковое количество H_2O_2 . Затем кювету выдерживали до полного прекращения свечения; пластинку фотометрировали на микрофотометре МФ-2. Значения почернения ΔS стандартных растворов, содержащих 4,0; 8,0; 12,0 и 16,0 мкг Со/мл, составили 0,17; 0,28; 0,40 и 0,53 соответственно. Вычислить массовую долю (%) Со в пробе, если $\Delta S_x = 0,20$.

Решение. В хемилюминесцентном фотографическом методе используется зависимость разности почернений пятен в их центрах в фона вблизи холостой пробы ΔS от концентрации определяемого элемента. При соблюдении ряда условий эта зависимость близка к линейной.

Строим градуировочный график в координатах $\Delta S - c$ (рис. 15.1) и по графику определяем $c_{Co} = 5,0$ мкг/мл.

Массовую долю кобальта (%) в пробе находим по формуле

$$\omega_{Co} = m_{Co} \cdot 10^{-6} \cdot 100 / m = 0,5 \cdot 5,0 \cdot 10^{-4} / 0,9816 = 2,55 \cdot 10^{-4} \%,$$

где m_{Co} — масса Со, мкг; m — масса навески пробы, г.

ПРИМЕР 2. Для определения рибофлавина (витамина B_2) методом добавок навеску пищевого продукта массой 0,2000 г растворили и после соответствующей обработки измерили интенсивность люминесценции полученного раствора, получив $I_x = 30$. После добавления стандартного раствора, содержащего 40 мкг витамина B_2 , интенсивность люминесценции увеличилась до: $I_{x+\Delta} = 80$. Определить массовую долю витамина B_2 в продукте, если интенсивность люминесценции холостого раствора равна 5.

Решение. Результаты люминесцентного анализа по методу добавок рассчитывают по формуле:

$$\omega = [m_{cm} (I_x - I_o) \cdot 10^{-4}] / [(I_{x+\Delta} - I_x) m],$$

где ω — массовая доля определяемого вещества, % ; m_{cm} — масса добавки стандартного раствора определяемого вещества, мкг; I_x , $I_{x+\Delta}$ и I_o — интенсивность люминесценции исследуемого раствора того же раствора с до-

бавкой стандарта и холостого раствора соответственно; m — масса навески анализируемого образца, г.

Подставляя числовые значения, получаем:

$$\omega = [40(30 - 5) \cdot 10^{-4}] / (80 - 30) \cdot 0,2000 = 0,01 \%$$

ПРИМЕР 3. При флуоресцентном определении магния с люмомагнезоном ИРЕА навеску $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ массой 0,09981 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. Затем 1,00 мл этого раствора разбавили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл (раствор А).

Для приготовления стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 50,00 мл внесли 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мл раствора А и раствор люмомагнезона ИРЕА и довели объем до метки. Интенсивность флуоресценции стандартных растворов оказалась равной 28, 45, 62, 79 соответственно.

Исследуемый раствор объемом 10,00 мл разбавили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. Затем 5,00 мл этого раствора внесли в колбу вместимостью 50,00 мл, добавили раствор люмомагнезона ИРЕА и довели объем до метки (раствор Б). Интенсивность флуоресценции раствора Б равна $I_x = 60$.

Определить концентрацию магния (мг/мл) в анализируемом растворе.

Решение. Рассчитываем концентрации стандартных растворов с учетом всех разбавлений:

$$c_i = [m(\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{Mg}) \cdot V_{\text{нл}} \cdot V_i] / [M(\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) \cdot V_{k1} \cdot V_{k2} \cdot V_{k3}]$$
$$c_1 = [0,09981 \cdot 24,305 \cdot 1 \cdot 1] / [256,406 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 50] = 1,89 \cdot 10^{-5} \text{ мг/мл};$$
$$c_2 = [0,09981 \cdot 24,305 \cdot 1 \cdot 2] / [256,406 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 50] = 3,78 \cdot 10^{-5} \text{ мг/мл};$$
$$c_3 = [0,09981 \cdot 24,305 \cdot 1 \cdot 3] / [256,406 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 50] = 5,68 \cdot 10^{-5} \text{ мг/мл};$$
$$c_4 = [0,09981 \cdot 24,305 \cdot 1 \cdot 4] / [256,406 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 50] = 7,57 \cdot 10^{-5} \text{ мг/мл};$$

Строим градуировочный график в координатах $I - c$. По графику (рис. 15.2) находим $c_x = 5,50 \cdot 10^{-5}$ мг/мл, соответствующую $I_x = 60$, и рассчитываем концентрацию магния (мг/мл) в анализируемом растворе:

$$c_{\text{анал}} = [5,5 \cdot 10^{-5} \cdot 100 \cdot 50] / [10,0 \cdot 5,5] = 5,5 \cdot 10^{-3} \text{ мг/мл}$$

КОНТРОЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ

В ходе изучения данной дисциплины учебным планом предусматривается выполнение студентами двух контрольных работ, что является обязательной частью самостоятельной работы студентов. Контрольные работы должны показать глубину усвоения данной дисциплины студентами и содержать продуманные и исчерпывающие ответы на поставленные вопросы, а не механически переписанные из литературных или, тем более, скопированные из электронных источников материалы, касающиеся данного вопроса.

Работы должны быть написаны разборчиво чернилами с достаточными межстрочными интервалами. С левой стороны текста должны быть оставлены поля шириной не менее 3 см.

Выполненные контрольные работы представляются в деканат заочного факультета, а затем на кафедру для рецензирования. Небрежно, неразборчиво написанные контрольные работы, а также контрольные работы, выполненные путем сканирования материалов из литературных источников или распечатки материалов из электронных источников, не принимаются и возвращаются студентам без рецензирования. Контрольные работы, выполненные в соответствии с установленными правилами, рецензируются преподавателями кафедры. После проверки на работу, допущенную к собеседованию, высылается краткая рецензия, в которой приводятся замечания рецензента. Контрольная работа, не допущенная к собеседованию, возвращается студенту на доработку вместе с рецензией. После исправления контрольная работа возвращается в университет на повторное рецензирование. Контрольная работа должна поступить на рецензирование не позднее 10 дней до начала экзаменационной сессии.

Контрольные задания на каждую контрольную работу даются в 10 вариантах. Каждый вариант контрольной работы *включает 1 вопрос и 3 задачи*, номера которых приведены в таблице. Студент выполняет тот вариант, номер которого совпадает с последней цифрой в номере его зачетной книжки.

Варианты и номера вопросов задания

Номер варианта	Номера вопросов			
0	1	11	21	31
1	2	12	22	32
2	3	13	23	33
3	4	14	24	34
4	5	15	25	35
5	6	16	26	36
6	7	17	27	37
7	8	18	28	38
8	9	19	29	39
9	10	20	30	40

ВОПРОСЫ К КОНТРОЛЬНОМУ ЗАДАНИЮ № 1

1. Опишите физические основы рефрактометрии. Перечислите и дайте определения рефрактометрических характеристик вещества. Покажите, от каких факторов эти характеристики зависят, для каких аналитических целей они могут быть использованы.

2. Опишите принцип действия лабораторных приборов для проведения рефрактометрического анализа и промышленных рефрактометров для

регулирования технологических процессов. Опишите практическое применение рефрактометрии.

3. Опишите физические основы поляриметрического метода – в чем особенности поляризованного света, причины и разновидности оптической активности вещества. Характеристики оптической активности вещества, их зависимость от условий измерения.

4. Приведите блок-схемы и опишите принцип действия лабораторных приборов для проведения поляриметрического анализа и промышленных поляриметров для регулирования технологических процессов. Опишите практическое применение поляриметрии.

5. Опишите физические основы фотонепелометрии и фототурбидиметрии. Какие условия должны контролироваться при проведении анализа этими методами для достижения его достаточной точности и воспроизводимости? В чем сущность фототурбидиметрического и фотонепелометрического титрования? Какой вид имеют кривые фототурбидиметрического и фотонепелометрического титрования?

6. Опишите классификацию спектральных методов анализа. В чем отличие атомных и молекулярных спектров с точки зрения их аналитических возможностей? В чем различие спектров, полученных в результате взаимодействия с исследуемым веществом электромагнитного излучения различных диапазонов? Почему при проведении элементного анализа методами оптической атомной спектроскопии необходима атомизация анализируемого вещества? В чем различие между оптическими и рентгеновскими атомными спектрами с точки зрения природы их происхождения?

7. Приведите блок-схему атомно-эмиссионного спектрометра. Опишите конструкции и принципы действия основных его узлов. Дайте сравнительные характеристики отдельных узлов спектрометра, имеющих разный принцип действия. Приведите основные характеристики атомно-эмиссионных спектрометров. Какой вид и основные характеристики имеют спектры атомной эмиссии?

8. Опишите, как проводится качественный атомно-эмиссионный анализ – какие характеристики спектральных линий, присутствующих в спектре, используются для этой цели, как они определяются, каким образом по ним устанавливают присутствие в исследуемом веществе того или иного химического элемента.

9. Опишите, как проводится количественный атомно-эмиссионный анализ – какие характеристики спектральных линий, присутствующих в спектре, используются для этой цели, как они определяются, каким образом по ним устанавливают количественное содержание того или иного химического элемента в исследуемом веществе.

10. Приведите блок-схему атомно-абсорбционного спектрометра. Опишите конструкции и принципы действия основных его узлов. Дайте сравнительные характеристики отдельных узлов спектрометра, имеющих

разный принцип действия. Приведите основные оптические схемы атомно-абсорбционных спектрометров и дайте им сравнительную оценку.

11. Для нефелометрического определения серы в каменном угле приготовили стандартный раствор, разбавив 2,5 мл 0,01 и H_2SO_4 водой до 1000 мл (раствор 1). Затем в мерные колбы емкостью 100 мл добавили 20,0, 15,0, 12,0, 8,0, 4,0 и 2,0 мл раствора 1, приготовили в них суспензии BaSO_4 и измерили их кажущиеся оптические плотности:

$V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, мл	20,0	15,0	12,0	8,0	4,0	2,0
$D_{\text{каж.}}$	0,11	0,17	0,21	0,30	0,40	0,46

По этим данным построили калибровочный график. Навеску каменного угля 0,0916 г растворили, разбавили водой до 1000 мл. Затем 20 мл этого раствора после соответствующей обработки поместили в мерную колбу емкостью 250 мл, приготовили в ней суспензию BaSO_4 и довели водой до метки. Кажущаяся оптическая плотность раствора оказалась $D_{\text{х каж.}} = 0,30$.

Определить массовую долю серы в каменном угле.

12. При нефелометрическом определении цинка для построения калибровочного графика а мерные колбы емкостью 50 мл ввели 18,0, 14,0, 10,0, 6,0 и 2,0 мл стандартного раствора соли цинка, содержащего 5,0 мг/мл Zn, приготовили в них суспензии $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ и измерили оптические плотности последних:

V, мл	18,0	14,0	10,0	6,0	2,0
$D_{\text{каж.}}$	0,18	0,22	0,33	0,54	0,90

25,0 мл анализируемого раствора поместили в мерную колбу емкостью 50,0 мл и приготовили в ней суспензию $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$. Кажущаяся оптическая плотность этого раствора оказалась равной 0,59.

13. Определить содержание цинка в анализируемом растворе (г/л). 12. При нефелометрическом определении хлорид-иона для построения калибровочного графика 20,0 мл раствора KCl , содержащего 0,5 мг/мл Cl , поместили в мерную колбу емкостью 100 мл. Затем в мерных колбах на 50 мл, содержащих 8,0, 6,0, 4,0 и 2,0 мл этого раствора, приготовили суспензии AgCl и измерили их кажущиеся оптические плотности:

V_{KCl}	8,0	6,0	4,0	2,0
$D_{\text{каж.}}$	0,12	0,22	0,39	0,66

По этим данным построили калибровочный график.

Анализируемый раствор 25,0 мл разбавили в мерной колбе емкостью 50 мл, приготовили в ней суспензию AgCl и довели водой до метки. Кажу-

щаяся оптическая плотность этого раствора равна $D_x = 0,29$. Определить содержание хлорид-иона в анализируемом растворе (мг/мл).

14. Для нефелометрического определения серы в каменном угле приготовили стандартный раствор, разбавив 2,5 мл 0,01 н H_2SO_4 водой до 1000 мл (раствор 1). Затем в мерные колбы емкостью 100 мл добавили 20,0, 15,0, 12,0, 8,0, 4,0 и 2,0 мл раствора 1, приготовили в них суспензии $BaSO_4$ и измерили их кажущиеся оптические плотности:

V,мл	20,0	15,0	12,0	8,0	4,0	2,0
$D_{\text{каж.}}$	0,21	0,33	0,42	0,60	0,80	0,92

По этим данным построили калибровочный график.

Навеску каменного угля 0,1832 г растворили, разбавили водой до 1000 мл. Затем 20 мл этого раствора после соответствующей обработки поместили в мерную колбу емкостью 250 мл, приготовили в ней суспензию $BaSO_4$ и довели водой до метки. Кажущаяся оптическая плотность раствора оказалась $D_{x(\text{каж.})} = 0,30$. Определить процентное содержание серы в каменном угле.

15. Для определения длины волны λ_x идентифицируемой линии в спектре анализируемого образца в спектре эталона – чистого железа – были выбраны две линии с длинами волн $\lambda_1 = 373,713$ нм и $\lambda_2 = 374,556$ нм. Отсчеты по шкале измерительного микроскопа для этих линий были равны соответственно $b_1 = 5,08$ мм и $b_2 = 6,14$ мм. Определить длину волны идентифицируемой линии, если отсчет по шкале измерительного микроскопа для нее равен $b_x = 5,62$ мм.

16. Для определения длины волны λ_x идентифицируемой линии в спектре анализируемого образца в спектре эталона – чистого железа – были выбраны две линии с длинами волн $\lambda_1 = 360,885$ нм и $\lambda_2 = 361,877$ нм. Отсчеты по шкале измерительного микроскопа для этих линий были равны соответственно $b_1 = 2,06$ мм и $b_2 = 3,18$ мм. Определить длину волны идентифицируемой линии, если отсчет по шкале измерительного микроскопа для нее равен $b_x = 3,06$ мм.

17. Для определения длины волны λ_x идентифицируемой линии в спектре анализируемого образца в спектре эталона – чистого железа – были выбраны две линии с длинами волн $\lambda_1 = 486,370$ нм и $\lambda_2 = 487,130$ нм. Отсчеты по шкале измерительного микроскопа для этих линий были равны соответственно $b_1 = 13,36$ мм и $b_2 = 15,23$ мм. Определить длину волны идентифицируемой линии, если отсчет по шкале измерительного микроскопа для нее равен $b_x = 14,17$ мм.

18. Для определения длины волны λ_x идентифицируемой линии в спектре анализируемого образца в спектре эталона – чистого железа – были выбраны две линии с длинами волн $\lambda_1 = 248,327$ нм и $\lambda_2 = 249,064$ нм. Отсчеты по шкале измерительного микроскопа для этих линий были равны соответственно $b_1 = 8,22$ мм и $b_2 = 9,48$ мм. Определить длину волны идентифицируе-

мой линии, если отсчет по шкале измерительного микроскопа для нее равен $b_x = 8,76$ мм.

19. Для определения длины волны λ_x идентифицируемой линии в спектре анализируемого образца в спектре эталона – чистого железа – были выбраны две линии с длинами волн $\lambda_1 = 325,436$ нм и $\lambda_2 = 328,026$ нм. Отсчеты по шкале измерительного микроскопа для этих линий были равны соответственно $b_1 = 9,12$ мм и $b_2 = 10,49$ мм. Определить длину волны идентифицируемой линии, если отсчет по шкале измерительного микроскопа для нее равен $b_x = 10,13$ мм.

20. При качественном анализе цветного сплава было исследовано несколько участков спектра этого сплава. Наиболее интенсивные линии были затем идентифицированы, т.е. определены точные значения их длин волн λ , нм, относительные интенсивности по 10-балльной шкале и принадлежность конкретным химическим элементам М (см. таблицу). Указать, какой элемент может составлять основу сплава.

λ , нм	213,85	326,11	326,23	328,23	330,26	334,50	340,51	
$I_{\text{отн.}}$	8	1	3	3	4	6	4	
М	Zn	Cd	Sn	Zn	Zn	Zn	Co	

21. При качественном анализе цветного сплава было исследовано несколько участков спектра этого сплава. Наиболее интенсивные линии были затем идентифицированы, т.е. определены точные значения их длин волн λ , нм, относительные интенсивности по 10-балльной шкале и принадлежность конкретным химическим элементам М (см. таблицу). Указать, какой элемент может составлять основу сплава.

λ , нм	259,81	261,42	265,12	266,32	268,51	279,83	280,20
$I_{\text{отн.}}$	3	6	3	5	3	4	6
М	Sb	Pb	Ge	Pb	Ta	Mn	Pb

22. При качественном анализе цветного сплава было исследовано несколько участков спектра этого сплава. Наиболее интенсивные линии были затем идентифицированы, т.е. определены точные значения их длин волн λ , нм, относительные интенсивности по 10-балльной шкале и принадлежность конкретным химическим элементам М (см. таблицу). Указать, какой элемент может составлять основу сплава.

λ , нм	259,85	256,30	267,75	266,95	273,39	279,55	308,22
$I_{\text{отн.}}$	3	6	5	5	3	4	8
М	Si	Pb	Ta	Al	Pt	Mg	Al

23. При качественном анализе цветного сплава было исследовано несколько участков спектра этого сплава. Наиболее интенсивные линии были затем идентифицированы, т.е. определены точные значения их длин волн λ , нм, относительные интенсивности по 10-балльной шкале и принадлежность конкретным химическим элементам М (см. таблицу). Указать, какой элемент может составлять основу сплава.

λ , нм	261,42	263,00	266,12	276,64	281,36	282,44	285,11
$I_{\text{отн.}}$	2	5	3	4	5	6	3
М	Pb	Cu	Sn	Cu	Sn	Cu	Sb

24. При атомно-эмиссионном анализе стали на содержание хрома по методу трех эталонов измерено почернение S линий гомологической пары в спектрах эталонов и исследуемого образца. Найти массовую долю хрома (ω_{Cr}) по следующим данным:

Эталон	I	II	III
$\omega_{\text{Cr}} \cdot \%$	0,005	0,00123	0,00417
S_{Cr}	0,07	0,37	0,86
S_{Fe}	0,27	0,23	0,27

Анализируемый образец имеет $S_{\text{Cr}} = 0,61$ и $S_{\text{Fe}} = 0,25$.

25. При определении содержания марганца в стали по методу трех эталонов на микрофотометре было измерено почернение линий гомологической пары: $\lambda_{\text{Fe}} = 293,690$ нм, $\lambda_{\text{Mn}} = 293,306$ нм. Определить массовую долю (%) марганца в стали по данным:

Параметр	Эталон			Исследуемый образец
	1	2	3	
$\omega_{\text{Mn}}, \%$	0,10	0,38	1,90	?
S_{Fe}	0,98	0,94	0,99	0,75
S_{Mn}	0,71	0,90	1,24	0,61

26. Определить массовую долю ω_{Cr} (%) хрома в стали, если при фотометрировании по методу трех эталонов были получены следующие результаты:

Параметр	Эталон			Анализируемый образец
	1	2	3	
$\omega_{\text{Cr}}, \%$	0,50	1,23	4,17	?

S_{Cr}	0,07	0,29	0,86	0,73
S_{Fe}	0,27	0,15	0,27	0,33

27. Определить массовую долю (%) кремния в сплаве, если при фотометрировании по методу трех этанолов были получены следующие результаты:

Параметр	Эталон			Анализируемый образец
	1	2	3	
$\omega_{Si}, \%$	0,63	1,65	3,86	?
S_{Si}	0,186	0,414	0,614	0,514
S_{Al}	0,184	0,184	0,184	0,184

28. При определении олова в бронзе для построения градуировочного графика были получены следующие результаты: массовой доле $\omega_{Sn}^0 = 10,2 \%$ соответствовала $\Delta S = 0$, массовой доле $\omega_{Sn} = 5,2 \%$ соответствовала $\Delta S_1 = -0,52$. Построить градуировочный график и определить массовую долю (%) олова в исследуемом образце, если $\Delta S_x = -0,28$.

29. При определении магния в алюминиевом сплаве для построения градуировочного графика были получены следующие результаты: массовой доле $\omega_{Mg}^0 = 0,57 \%$ соответствовала $\Delta S = 0$, массовой доле ($\omega_{Mg} = 0,97 \%$ соответствовала $\Delta S_1 = 0,27$. Построить градуировочный график и определить массовую долю (%) магния в исследуемом образце, если $\Delta S_x = 0,19$.

30. При определении кремния в алюминиевом сплаве для построения градуировочного графика были получены следующие результаты: массовой доле $\omega_{Si}^0 = 1,70 \%$ соответствовала $\Delta S = 0$, массовой доле $\omega_{Si} = 0,72 \%$ соответствовала $\Delta S_1 = -0,48$. Построить градуировочный график и определить массовую долю (%) кремния в исследуемом образце, если $\Delta S_x = -0,24$.

31. Два образца нефти, стандартный и анализируемый, массой по 1,000 г разбавили в 10 раз метилизобутилкетонем и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Оптическая плотность линии ванадия для образца с содержанием ванадия $\omega_{ст} = 0,01 \%$ составила $A_{cm} = 0,740$, а для образца с неизвестным содержанием $A_x = 0,520$.

Вычислить массовую долю (%) ванадия для следующих образцов нефти:

Вариант	$\omega_{ст}$	Оптическая плотность	
		A_{cm}	A_x
1	0,01	0,740	0,520
2	0,05	0,370	0,440

3	0,02	0,148	0,270
---	------	-------	-------

32. 1,000 г стандартного образца моторного масла с известным содержанием свинца $\omega_{\text{ст}} = 0,05$ % разбавили в 10 раз метилизобутилкетон и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Оптическая плотность аналитической спектральной линии свинца для этого образца составила $A_{\text{ст.}} = 0,37$. В аналогичных условиях провели анализ образца моторного масла с неизвестным содержанием данного элемента. Измеренная оптическая плотность $A_x = 0,440$. Вычислить массовую долю (%) свинца для данного образца.

33. 1,000 г стандартного образца бензина с известным содержанием свинца $\omega_{\text{ст}} = 0,02$ % разбавили в 10 раз соответствующим органическим растворителем и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Оптическая плотность линии свинца для этого образца составила $A_{\text{ст.}} = 0,148$. В аналогичных условиях провели анализ образца бензола с неизвестным содержанием данного элемента. Измеренная оптическая плотность $A_x = 0,270$. Вычислить массовую долю (%) свинца для данного образца.

34. При определении содержания платины Pt навеску исследуемого минерала массой 1,000 г после разложения и соответствующей обработки перевели в раствор объемом 10,00 мл. Пробы полученного раствора по 100,0 мкл поместили в электротермический атомизатор (графитовую трубку) автоматического атомно-абсорбционного спектрометра и на диаграммной ленте самописца записали сигнал поглощения аналитической линии этого элемента в виде пика высотой $h_x = 39,0$ мм.

Для построения градуировочного графика в атомизатор вводили последовательно по 100,0 мкл стандартных растворов платиновой соли и измеряли величины h (мм) сигналов.

Вычислить концентрацию (г/т) платины в исследуемом минерале, если при построении градуировочного графика были использованы стандартные растворы концентрацией 0,04; 0,08 и 0,012 мкг/мл платины, а соответствующие им высоты сигналов поглощения, зарегистрированные самописцем, равны 17,0 34,5 и 52,0 мм.

35. При определении содержания палладия Pd навеску исследуемого минерала массой 1,000 г после разложения и соответствующей обработки перевели в раствор объемом 10,00 мл. Пробы полученного раствора по 100,0 мкл поместили в электротермический атомизатор (графитовую трубку) автоматического атомно-абсорбционного спектрометра и на диаграммной ленте самописца записали сигнал поглощения аналитической линии этого элемента в виде пика высотой h_x (мм).

Для построения градуировочного графика в атомизатор вводили последовательно по 100,0 мкл стандартных растворов палладиевой соли и измеряли величины h (мм) сигналов.

Вычислить концентрацию (г/т) палладия в исследуемом минерале, если при построении градуировочного графика были использованы стандартные растворы концентрацией 0,01; 0,05 и 0,010 мкг/мл палладия, а соответствующие им высоты сигналов поглощения, зарегистрированные самописцем, равны 8,5; 45,0 и 90,0 мм. Высота сигнала поглощения, зарегистрированного самописцем для исследуемого образца, составила 44,0 мм.

36. Образец животной ткани массой m (г) сожгли в муфельной печи, остаток растворили в HCl и разбавили раствором соли лантана до 5,00 мл для устранения мешающего влияния фосфат-ионов.

К четырем равным порциям анализируемого раствора добавили равные объемы стандартных растворов кальция, содержащих $c_0 = 0$; $c_x = 2,0$; $c_2 = 4,0$; $c_3 = 8,0$ мкг/мл Ca и такое же количество соли лантана, как в анализируемом растворе. На атомно-абсорбционном спектрометре измерили оптическую плотность аналитической линии кальция (422,67 нм).

Вычислить концентрацию кальция (мг/кг) в исследуемом образце, используя построение градуировочного графика по методу добавок:

$m, \text{ г}$	Атомное поглощение			
	$A_{x/2}$	$A_{(x+c1)/2}$	$A_{(x+c2)/2}$	$A_{(x+c3)/2}$
0,15	0,050	0,116	0,185	0,320

37. Образец животной ткани массой m (г) сожгли в муфельной печи, остаток растворили в HCl и разбавили раствором соли лантана до 5,00 мл для устранения мешающего влияния фосфат-ионов.

К четырем равным порциям анализируемого раствора добавили равные объемы стандартных растворов кальция, содержащих $c_0 = 0$; $c_x = 2,0$; $c_2 = 4,0$; $c_3 = 8,0$ мкг/мл Ca и такое же количество соли лантана, как в анализируемом растворе. На атомно-абсорбционном спектрометре измерили оптическую плотность аналитической линии кальция (422,67 нм).

Вычислить концентрацию кальция (мг/кг) в следующих образцах, используя построение градуировочного графика по методу добавок:

$m, \text{ г}$	Атомное поглощение			
	$A_{x/2}$	$A_{(x+c1)/2}$	$A_{(x+c2)/2}$	$A_{(x+c3)/2}$
0,20	0,075	0,150	0,226	0,380

38. Образец животной ткани массой m (г) сожгли в муфельной печи, остаток растворили в HCl и разбавили раствором соли лантана до 5,00 мл для устранения мешающего влияния фосфат-ионов.

К четырем равным порциям анализируемого раствора добавили равные объемы стандартных растворов кальция, содержащих $c_0 = 0$; $c_x = 2,0$; $c_2 = 4,0$; $c_3 = 8,0$ мкг/мл Ca и такое же количество соли лантана, как в анализируемом растворе. На атомно-абсорбционном спектрометре измерили оптическую плотность аналитической линии кальция (422,67 нм).

Вычислить концентрацию кальция (мг/кг) в исследуемом образце, используя построение градуировочного графика по методу добавок:

m , г	Атомное поглощение			
	$A_{x/2}$	$A_{(x+c1)/2}$	$A_{(x+c2)/2}$	$A_{(x+c3)/2}$
0,25	0,110	0,185	0,260	0,410

39. Для определения свинца в сплаве построили градуировочный график по следующим данным:

Концентрация стандартного раствора Pb, мкг/мл.....	2	4	6	8	10
Оптическая плотность при 283 нм.....	0,160	0,320	0,480	0,640	0,800

Навеску сплава массой 0,5 г растворили в смеси кислот и перенесли в мерную колбу вместимостью 250,0 мл. Полученный раствор разбавили в 20 раз и измерили оптическую плотность, которая составила: 1) 0,500; 2) 0,220; 3) 0,680; 4) 0,450. Определить массовую долю (%) свинца в сплаве.

40. Определение хрома в воде проводили атомно-абсорбционным методом по способу добавок. В мерные колбы вместимостью 50,00 мл ввели пробы стандартного раствора концентрацией 12,0 мкг/мл хрома и анализируемого раствора, разбавили до метки водой, распылили в пламя ацетилен – закись азота и измерили оптическую плотность при 357,9 нм. Результаты измерений приведены в таблице:

Объемы растворов, мл		A	Объемы растворов, мл		A
анализируемого	стандартного		анализируемого	стандартного	
10,0	0	0,205	10,0	20,0	0,383
10,0	10,0	0,296	10,0	30,0	0,472

Определить концентрацию (мкг/мл) хрома в анализируемом растворе?

33. При определении железа в алюминиевом сплаве для построения градуировочного графика были получены следующие результаты: массовой доле $\omega_{\text{Fe}}^0 = 0,23\%$ соответствовала $\Delta S = 0$, массовой доле $\omega_{\text{Fe}} = 0,97\%$ соответствовала $\Delta S_1 = 0,27$. Построить градуировочный график и определить массовую долю (%) железа в исследуемом образце, если $\Delta S_x = 0,32$.

34. При определении марганца в алюминиевом сплаве для построения градуировочного графика были получены результаты, приведенные в таблице. Массовой доле ω_{Mn}^0 соответствовала $\Delta S = 0$, а для эталона с массовой долей ω_{Mn} получено ΔS_1 . Построить градуировочный график и определить массовую долю (%) марганца в исследуемом образце, если получены следующие данные ΔS_x :

Параметр	Образец				
	1	2	3	4	5
$\omega_{\text{Mn}}^0, \% (\Delta S = 0)$	0,14	0,37	0,42	0,56	1,40
$\omega_{\text{Mn}}, \%$	0,22	0,19	0,66	0,29	2,20
ΔS_1	0,26	-0,44	0,39	-0,66	0,52
ΔS_x	0,14	-0,25	0,25	-0,34	0,27

ВОПРОСЫ К КОНТРОЛЬНОМУ ЗАДАНИЮ № 2

1. Изложите физические основы рентгеноспектрального анализа. Что происходит в веществе на этапе возбуждения характеристического рентгеновского спектра элемента, определяемого в пробе? Опишите методы, какие используются для возбуждения рентгеновских спектров. В чем состоят

отличия характеристического и тормозного рентгеновского излучения по физической природе процессов, происходящих в веществе, и по виду характеристического и тормозного спектров?

2. Объясните, что является причиной возникновения характеристических рентгеновских спектров атомов? Почему рентгеноспектральный анализ является методом элементного состава вещества? Почему этот метод относится к методам неразрушающего контроля?

3. Опишите принцип действия рентгеновской трубки и радиоактивных источников возбуждения рентгеновских спектров. Чем отличаются рентгеновские спектры анализируемого вещества, полученные при использовании различных источников возбуждения? Объясните причины этих отличий. Перечислите и сопоставьте по аналитическим характеристикам методы элементного анализа вещества оптическими и рентгеновскими методами.

4. Приведите блок-схему рентгено-эмиссионного спектрометра, опишите функции и принцип действия основных его узлов.

5. Изложите основы качественного и количественного рентгеноспектрального анализа.

6. Опишите физические основы молекулярной абсорбционной спектроскопии в ультрафиолетовом и видимом диапазоне. Что происходит в исследуемом веществе под воздействием электромагнитного излучения указанной спектральной области? В чем отличие между связывающими и разрыхляющими молекулярными орбиталями разных типов? Как связан характер химических связей в исследуемом веществе с энергией поглощаемых им квантов электромагнитного излучения?

7. Какой типичный вид (линейчатый, полосатый, сплошной) имеют спектры поглощения электромагнитного излучения ультрафиолетового и видимого диапазона веществом, находящимся в молекулярном состоянии? Чем это объясняется? От каких факторов зависит интенсивность поглощения излучения веществом? Какому закону подчиняется поглощение света веществом?

8. Укажите, для каких целей (качественная идентификация индивидуальных химических соединений, исследование хода химических реакций, изучение влияния различных факторов на течение химических процессов, определение количественного содержания в исследуемом объекте отдельных компонентов) используется метод молекулярной спектроскопии поглощения

в ультрафиолетовой и видимой области? Опишите условия, которые должны соблюдаться при использовании метода для той или иной конкретной цели.

9. Приведите блок-схему абсорбционного спектрофотометра, опишите принцип действия прибора, функции и устройство его основных узлов.

10. Опишите физические основы ИК-спектроскопии. Какие изменения в исследуемом веществе происходят под воздействием ИК-излучения? Какие типы внутримолекулярных колебаний различают, как они различаются по энергиям? Приведите типичный вид ИК-спектра многоатомного вещества и опишите основные его характеристики.

11. Опишите способы подготовки исследуемого вещества при его исследовании ИК-спектроскопией. В чем состоят отличия ИК-спектрометров от абсорбционных спектрометров, предназначенных для работы в других спектральных областях?

12. Опишите схемы проведения ИК-спектрального анализа при его использовании для идентификации известных химических веществ, при определении молекулярной структуры неизвестных химических соединений. Как проводится количественный ИК-спектральный анализ? Для каких целей (для качественной идентификации вещества или его количественного определения в исследуемом объекте) предпочтительно использовать ИК-спектроскопию?

13. В чем состоит явление люминесценции? Какими способами может быть возбуждено люминесцентное свечение? В чем отличие флуоресценции от фосфоресценции? Как различается люминесценция по механизму возникновения свечения? Как выглядит типичный спектр люминесценции молекулярного вещества? В чем заключается закон Стокса–Ломмеля?

14. Приведите энергетическую диаграмму возбуждения и испускания люминесцентного излучения. Объясните, какие энергетические переходы называются стоксовыми, какие антистоксовыми. Объясните, чем может быть обусловлено появление антистоксовой области в спектре люминесценции.

15. Что такое квантовый и энергетический выход люминесценции? Какому закону подчиняется зависимость энергетического выхода люминесценции от длины волны возбуждающего света? Назовите факторы, оказывающие влияние на интенсивность люминесценции.

16. Что такое концентрационное гашение люминесценции? Объясните причины явления. Какое влияние на интенсивность люминесценции может

оказывать температура? Какое влияние на интенсивность люминесценции может оказывать наличие примесей в анализируемом веществе?

17. Изложите сущность прямого и косвенного люминесцентного анализа. Каковы особенности метода люминесцентного титрования? Что представляют собой люминесцентные индикаторы и в каких случаях они применяются?

18. Приведите принципиальную схему люминесцентного фотометра. Опишите принцип действия и функции основных узлов этого прибора.

19. Приведите примеры практического применения люминесцентного анализа в контроле качества пищевой и промышленной продукции. Укажите, какие аналитические характеристики могут быть достигнуты при осуществлении люминесцентных методик контроля качества.

20. Объясните, почему люминесцентный метод анализа является более чувствительным, чем спектрофотометрический анализ в УФ- и видимой областях? Чем объясняется более высокая селективность люминесцентного анализа по сравнению с спектрофотометрическим анализом в УФ- и видимой областях?

21. Оцените, во сколько раз длина волны спектральной линии $Mn K_{\alpha}$ больше длины волны спектральной линии $Zn K_{\alpha}$.

22. Известно, что тормозное излучение, испускаемое рентгеновской трубкой, возникает в результате непрерывной потери энергии электронами, предварительно ускоренными благодаря разности потенциалов, установленной между ее катодом и анодом. Используя закон сохранения энергии, рассчитайте значение коротковолновой границы (λ_{\min}) в рентгеноэмиссионном спектре рентгеновской трубки, если рабочая разность потенциалов в ней равна 40 кВ.

23. На основании закона Вульфа-Брэгга выведите формулы зависимости спектрального разрешения ($R = \lambda/\Delta\lambda$) от порядка отражения (n) и от угла падения (Θ) рентгеновских лучей на поверхность кристалла-анализатора. Оцените значения:

$$R_{n=2} / R_{n=1};$$

$$\text{б) } R_{\Theta=60^{\circ}} / R_{\Theta=30^{\circ}}.$$

24. Рассчитайте толщину золотой фольги, если интенсивность излучения $Mo K_{\alpha}$, прошедшего через нее, уменьшилась в 5 раз? Массовый коэффициент поглощения $Mo K_{\alpha}$ и плотность золота равны $111,3 \text{ см}^3/\text{г}$ и $19,28 \text{ г}/\text{см}^3$ соответственно.

25. Молярный коэффициент поглощения дитизоната меди(II) в тетрахлориде углерода при $\lambda = 550$ нм равен $\epsilon = 4,52 \cdot 10^4$. Какую массовую долю (%) меди можно определить с дитизоном, если из навески образца сплава массой 1,00 г получают 25,00 мл раствора дитизоната в CCl_4 и измеряют минимальную оптическую плотность 0,020 в кювете $l = 5,0$ см?

26. Для определения никеля с диметилглиоксимом навеску стали растворяют и разбавляют раствор до 100,0 мл. К 5,00 мл раствора добавляют необходимые реактивы, разбавляют водой до 50,00 мл и фотометрируют при $l = 1$ см, $\lambda_{\text{эфф}} = 470$ нм ($\epsilon = 1,30 \cdot 10^4$). Вычислить массу навески стали для анализа, если оптимальное значение оптической плотности равно 0,435, а приближительная массовая доля (%) никеля в стали равна 1,0 %.

27. Для определения железа(III) в концентрированной серной кислоте в виде сульфосалицилата навеску поместили в колбу вместимостью 100,0 мл, добавили необходимые реактивы, довели водой до метки и измерили оптическую плотность при $\lambda_{\text{эфф}} = 420$ нм ($\epsilon = 6,0 \cdot 10^3$) и толщине кюветы $l = 1$ см. Рассчитать массу навески кислоты, необходимую для анализа, если предполагаемое содержание железа в ней составляет 0,01 %.

28. Навеску стали массой $m = 0,6572$ г растворили в колбе вместимостью 50,0 мл. Две пробы по 20,00 мл поместили в колбы вместимостью 50,0 мл. В одну колбу добавили раствор, содержащий 0,003000 г ванадия. В обе колбы прилили пероксид водорода и довели до метки водой. Вычислить массовую долю (%) ванадия в стали, если при фотометрировании раствора с неизвестным содержанием ванадия получили значение оптической плотности $A_x = 0,230$, а анализируемого раствора с добавкой стандартного раствора $A_{x + \text{ст}} = 0,510$.

29. Для определения железа(III) в концентрированной серной кислоте в виде сульфосалицилата навеску поместили в колбу вместимостью 100,0 мл, добавили необходимые реактивы, довели водой до метки и измерили оптическую плотность при $\lambda_{\text{эфф}} = 420$ нм ($\epsilon = 6,0 \cdot 10^3$) и толщине кюветы $l = 5$ см. Рассчитать массу навески кислоты, необходимую для анализа, если предполагаемое содержание железа в ней составляет 0,001 %.

30. Навеску стали массой $m = 0,9580$ г растворили в колбе вместимостью 50,0 мл. Две пробы по 20,00 мл поместили в колбы вместимостью 50,0 мл. В одну колбу добавили раствор, содержащий 0,003000 г хрома. В обе колбы прилили пероксид водорода и довели до метки водой. Вычислить массовую долю (%) хрома в стали, если при фотометрировании раствора с неизвестным содержанием хрома получили значение оптической плотности $A_x = 0,280$, а анализируемого раствора с добавкой стандартного раствора $A_{x + \text{ст}} = 0,560$.

31. При определении титана методом добавок навеску стали 0,4828 г растворили, объем раствора довели до 50,0 мл. Затем в 2 мерные колбы вместимостью по 50 мл отбирали по 20 мл раствора. В одну из них добавили навеску соли титана, содержащую 0,0010 г Ti. В обе колбы добавили пероксид водорода и объемы довели до метки. Вычислить массовую долю титана в стали, если при фотометрировании растворов получены следующие результаты:

$$D_x = 0,19; \quad D_{x+ст.} = 0,39$$

32. Для люминесцентного определения бора в руде навеску 0,2000 г растворили и после соответствующей обработки довели объем раствора до 100 мл. Затем к 1,0 мл раствора добавили спиртовой раствор бензоила и измерили интенсивность люминесценции полученного раствора. Она оказалась равной $I_x = 0,60$. Стандартные растворы содержали 4,00, 10,0 и 20,0 мг бора в 100,0 мл. После прибавления к 1,00 мл каждого стандартного раствора тех же реактивов и в тех же количествах, как и в случае исследуемого раствора, интенсивность люминесценции их оказалась 0,38, 0,65 и 1,08 соответственно. Построить калибровочный график и определить процентное содержание бора в руде.

33. Для люминесцентного определения бора в руде навеску 0,1000 г растворили и после соответствующей обработки довели объем раствора до 100 мл. Затем к 1,0 мл раствора добавили спиртовой раствор бензоила и изменили интенсивность люминесценции полученного раствора. Она оказалась равной $I_x = 0,30$.

Стандартные растворы содержали 4,00, 10,0 и 20,0 мг бора в 100 мл. После прибавления к 1,00 мл каждого стандартного раствора тех же реактивов и в тех же количествах, как и в случае исследуемого раствора, интенсивность их люминесценции оказалась 0,19, 0,32 и 0,54 соответственно. Построить калибровочный график и определить процентное содержание бора в руде.

34. Для построения калибровочного графика при флуоресцентном определении магния с люмомагнезоном 0,1054 г $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ растворили в мерной колбе емкостью 100 мл. Затем 1,0 мл раствора разбавили в колбе на 100 мл (раствор 1).

Для приготовления четырех стандартных растворов в мерные колбы на 50 мл внесли 1,5, 2,5, 3,5 и 5,0 мл раствора I и раствор люмомагнезона и довели объем до метки. Интенсивность флуоресценции (I) стандартных растворов оказалась 0,37, 0,56, 0,75 и 1,03 соответственно.

10,0 мл исследуемого раствора разбавили в колбе на 100 мл. Затем 5,0 мл этого раствора внесли в колбу на 50 мл, добавили раствор люмомагнезона и довели объем до метки (раствор 2).

Построить калибровочный график в координатах I - c определить концентрацию магния (мг/мл) в анализируемом растворе, если интенсивность флуоресценции раствора 2 равна $I_x = 0,95$.

35. Для построения калибровочного графика при флуоресцентном определении магния с люмомагнезоном $0,2108 \text{ г Mg(NO}_3)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ растворили в мерной колбе емкостью 100 мл. Затем 1,0 мл раствора разбавили в колбе на 100 мл (раствор 1).

Для приготовления четырех стандартных растворов в мерные колбы на 50 мл внесли 1,5, 2,5, 3,5 и 5,0 мл раствора 1 и раствор люмомагнезона и довели объем до метки. Интенсивность флуоресценции (I) стандартных растворов оказалась 0,37, 0,56, 0,75 и 1,03 соответственно.

5,0 мл исследуемого раствора разбавили в колбе на 100 мл. Затем 5,0 мл этого раствора внесли в колбу на 50 мл, добавили раствор люмомагнезона и довели объем до метки (раствор 2)

Построить калибровочный график в координатах I - C и определить концентрацию магния (мг/мл) в анализируемом растворе, если интенсивность флуоресценции раствора 2 равна $I_x = 0,45$.

36. Для люминесцентного определения алюминия в латуни навеску латуни массой 0,1600 г растворили и после соответствующей обработки довели объем до 500,0 мл. Затем 10,00 мл этого раствора перенесли в колбу вместимостью 100,0 мл, прибавили раствор кислотного хром-сине-черного и довели объем до метки. Интенсивность люминесценции полученного раствора оказалась равной $I_x = 109$. Интенсивность четырех стандартных растворов, содержащих в 100,0 мл 10,0; 20,0; 30,0 и 40,0 мкг алюминия, равна 60; 82; 104 и 126 соответственно.

Построить градуировочный график и определить массовую долю алюминия в латуни.

37. При определении свинца в хлороводородной кислоте 0,4 мл анализируемого раствора ($\rho = 1,19 \text{ г/мл}$) заморозили жидким азотом, затем записали всплеск люминесценции $I_x = 25$ при размораживании раствора.

Аналогично зарегистрировали всплеск люминесценции анализируемого раствора с добавкой 0,40 мл раствора свинца, содержащего 0,02 мкг Pb/мл ($I_{x+\Delta} = 60$).

Вычислить массовую долю (%) свинца в анализируемой пробе.

38. При определении свинца в этиловом спирте анализируемый раствор массой $m = 1,544 \text{ г}$ выпарили, сухой остаток растворили в хлороводородной кислоте и измерили интенсивность всплеска люминесценции при размораживании раствора $I_x = 28$. В аналогичных условиях определили интенсивность всплеска люминесценции стандартных растворов свинца I .

Навеску свинца массой 0,1020 г растворили в концентрированной HCl и довели объем раствора до 100,0 мл: 1,00 мл этого раствора разбавили до 100,0 мл (раствор А). Затем в мерные колбы вместимостью 100,0 мл внесли 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мл раствора А, довели до метки и получили для стандартных растворов следующие значения I : 11, 20, 29, 40, 49.

Вычислить массовую долю (%) свинца в спирте, если в кювету для измерений вносили по 1,00 мл раствора.

39. При определении ниобия измеряли интенсивность флуоресценции комплекса Nb с люмогаллионом ИРЕА при температуре жидкого азота. Для устранения влияния алюминия вводили оксалат аммония. Стандартные растворы содержали 0,025; 0,05; 0,10; 0,15 мкг Nb в 1 мл. После прибавления к 1 мл стандартного раствора тех же реактивов, что и в случае исследуемого, интенсивность флуоресценции замороженных растворов (I) составила 4; 7; 13 и 21 отн. ед.

Вычислить массовую долю (%) ниобия в пробе, если навеску образца массой $m = 370$ г растворили в мерной колбе вместимостью 100 мл, на анализ взяли 1,0 мл полученного раствора, а измеренная интенсивность флуоресценции $I_x = 11$.

40. При флуориметрическом определении пенициллина в моче его предварительно экстрагируют хлороформом. К экстракту добавляют смесь бензола, ацетона, уксусной кислоты и производного акридина. Последний образует с пенициллином продукт конденсации, который реэкстрагируют подкисленным водным раствором. Реэкстракт обладает интенсивной желтой флуоресценцией. При анализе указанным способом двух проб мочи, взятых в количестве 10,00 мл, с добавками 1,00 и 2,00 мкг пенициллина измеренные значения интенсивности флуоресценции составили 59,5 и 77,5 отн. ед., соответственно. Рассчитайте концентрацию пенициллина (мкг/мл) в пробе мочи, если контрольная проба дает сигнал 9,5 отн. ед.

ОСНОВНАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Основы аналитической химии. В 2-х кн. / Под ред. Золотова Ю.А., М.: Высшая школа, 1999.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х кн. М.: Высшая школа, 1989.
3. Глоба И.И., Ламоткин С.А. Хроматографические и спектральные методы анализа. Мн., БГТУ, 2008.
4. Васильев В.П. Теоретические основы физико-химических методов анализа. М.: Высшая школа, 1979.
5. Ляликов Ю.С. Физико-химические методы анализа. М.: Химия, 1974.
6. Вяхирев Д.А., Шушунова А.Ф. Руководство по газовой хроматографии. М., Наука, 1978.
7. Хавезов АИ., Цалев А. Атомно-абсорбционный анализ. Л.: Химия, 1980.
8. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. Резонансные и электрооптические методы. М.: Высшая школа, 1989.
9. Стыскин Е.Л., Ициксон Л.Б., Брауде Е.В. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография. М.: Химия, 1986.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Пономарев В.А. Аналитическая химия. М.: Высшая школа, 1982.
2. Физико-химические методы анализа / Под ред. В.Б. Алесковского. Л.: Химия, 1988.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа / Под ред. О.М. Петрухина. М.: Химия, 1987.
4. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: в 2-х: учебник; под ред. Р. Кельнера и др.; пер. с англ. Под ред. Золотова Ю.А. – М.: Мир: АСТ. 2004.– Т.1. – 608 с.
5. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: в 2-х: учебник; под ред. Р. Кельнера и др.; пер. с англ. Под ред. Золотова Ю.А. – М.: Мир: АСТ. 2004.– Т.2. – 728 с.

**Примерный перечень вопросов для подготовки к экзамену
по дисциплине «Оптические методы и приборы контроля качества
продукции»**

1. Понятия метода и методики анализа. Основные характеристики методов и методик анализа
2. Физические основы рефрактометрии.
3. Зависимость показателя преломления от строения вещества.
4. Зависимость показателя преломления от условий его измерения.
5. Дисперсия рефракции, мольная рефракция, их применение в аналитических целях.
6. Лабораторные и производственные приборы для измерения показателя преломления.
7. Практическое применение рефрактометрии.
8. Поляризованный свет. Оптическая активность вещества. Природа оптической активности вещества.
9. Характеристики оптической активности вещества. Зависимость удельного вращения плоскости поляризации вещества от его строения.
10. Зависимость удельного вращения плоскости поляризации от условий его измерения.
12. Дисперсия оптического вращения. Спектрополяриметрия.
13. Лабораторные и производственные приборы для проведения поляриметрического и спектрополяриметрического анализа.
14. Аналитическое применение поляриметрии.
15. Физические основы фотонейтриметрического и фототурбидиметрического анализа. Основные закономерности рассеяния и поглощения света дисперсными системами.
16. Требования к реакциям и условиям фотонейтриметрического и фототурбидиметрического анализа.
17. Приборы для проведения фотонейтриметрического и фототурбидиметрического анализа.
18. Основные характеристики электромагнитного излучения. Классификация спектральных методов анализа.
19. Основы теории атомных спектров – квантово-химическая природа происхождения спектров, схемы энергетических переходов при возникновении спектров атомной абсорбции и спектров атомной эмиссии, вид оптических атомных спектров, связь строения атомов химических элементов с их спектральными характеристиками.
20. Основы теории молекулярных спектров – электронно-колебательно-вращательная природа спектров, вид и основные характеристики молекулярных спектров оптического диапазона.
21. Блок-схема и функции основных узлов атомно-эмиссионных спектрометров.

22. Способы атомизации вещества и их влияние на характеристики спектров атомной эмиссии.
23. Принцип действия анализаторов эмиссионных спектрометров. Типы и принципы действия детекторов, используемых в спектральных приборах.
24. Задачи качественного атомно-эмиссионного анализа. Определение положения спектральных линий на шкале длин волн. Расшифровка спектров атомной эмиссии.
25. Сущность полуколичественных атомно-эмиссионных методов сравнения, появления и усиления спектральных линий и гомологических пар.
26. Уравнение Ломакина-Шейбе и его применение в атомно-эмиссионном анализе. Методы количественного атомно-эмиссионного анализа.
27. Общие положения теории атомно-абсорбционной спектроскопии.
28. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрометра и функции его основных узлов.
29. Пламенная атомизация в атомно-абсорбционном анализе: условия проведения, механизм. Требования к пламени, используемому при атомизации вещества. Требования к горелкам атомно-абсорбционных спектрометров
30. Устройство непламенных атомизаторов и механизм атомизации вещества в непламенных атомизаторах.
31. Источники излучения, используемые в атомно-абсорбционной спектроскопии. Конструкция и принцип действия лампы с полым катодом и безэлектродной газоразрядной лампы
32. Монохроматоры атомно-абсорбционных спектрометров. Оптические схемы монохроматоров атомно-абсорбционных спектрометров.
33. Параметры, оказывающие наиболее существенное влияние на характеристики атомно-абсорбционного анализа.
34. Детекторы, используемые в атомно-абсорбционных спектрометрах.
35. Методы количественного атомно-абсорбционного анализа.
36. Аналитические характеристики атомно-абсорбционной спектроскопии. Подготовка проб в атомно-абсорбционном анализе.
37. Физические основы рентгеноспектрального анализа. Энергетические переходы при возбуждении и испускании рентгеновского излучения. Тормозное и характеристическое рентгеновское излучение.
38. Особенности конструктивных узлов рентгеновских спектрометров. Уравнение Вульфа-Брэгга.
39. Основы качественного и количественного рентгеноспектрального анализа. Закон Мозли. Интенсивность линий в рентгеновских спектрах.
40. Физические основы молекулярной спектроскопии поглощения в УФ- и видимой области спектра. Классификация фотометрических методов анализа.
41. Вид и характеристики молекулярных спектров поглощения в УФ- и видимом диапазоне, их зависимость от строения вещества и условий регистрации спектров.
42. Блок-схема и функции основных узлов приборов для проведения фо-

тометрического анализа.

43. Применение фотометрии и спектрофотометрии для изучения строения вещества и контроля качества продукции. Основы качественного и количественного спектрофотометрического анализа. Спектрофотометрический анализ смеси веществ.

44. Физические основы ИК-спектроскопии. Типы колебаний в многоатомных молекулах. Положение спектральных полос в ИК-спектрах.

45. Особенности конструктивных узлов ИК-спектрометров.

46. Подготовка проб к анализу ИК-спектроскопией.

47. Установление структуры химического строения по его ИК-спектру.

48. Физические основы люминесцентного анализа. Виды люминесценции, способы ее возбуждения.

49. Правило Стокса и закон Стокса-Ломмеля. Закон Вавилова.

50. Квантовый и энергетический выходы люминесценции. Основные факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Виды гашения люминесценции и их причины.

51. Применение люминесцентного анализа в контроле качества продукции.

40. При определении циркония по флуоресценции цирконий-моринового комплекса после сплавления 0,25 г руды с содой и выщелачивания плава водой к раствору добавили 6 М HCl и довели объем до 25,00 мл. В мерную колбу вместимостью 25,00 мл отобрали 2,00 мл анализируемого раствора, добавили тиогликолевую кислоту для восстановления Fe(III), концентрированную HCl, спиртовой раствор морина и довели водой до метки. Таким же образом приготовили стандартный раствор с содержанием 2 мкг циркония в 25,00 мл. Измерили интенсивность флуоресценции этих растворов: $I_{x1} = 35$ и $I_1 = 70$. В анализируемом и стандартном растворах растворили одинаковую навеску ЭДТА – гасителя флуоресценции только цирконий-моринового комплекса и вновь измерили интенсивности флуоресценции растворов $I_{x2} = 3,0$ и $I_2 = 4,0$.

Вычислить массовую долю (%) циркония в руде.

10. Для построения градуировочного графика при флуоресцентном определении магния с люмомагнезоном ИРЕА навеску $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ массой 0,1054 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. Затем 1,00 мл этого раствора разбавили в колбе вместимостью 100,0 мл (раствор А).

При приготовлении четырех стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 50,00 мл внесли 1,5; 2,5; 3,5 и 5,0 мл раствора А и раствор люмомагнезона ИРЕА и довели объем до метки. Интенсивность флуоресценции стандартных растворов оказалась равной 37; 56; 75 и 103 соответственно.

Исследуемый раствор объемом 10,00 мл разбавили в колбе вместимостью 100,0 мл. Затем 5,00 мл этого раствора внесли в колбу вместимостью 50,00 мл, добавили раствора люмомагнезона ИРЕА и довели объем до метки (раствор Б).

Построить градуировочный график и определить концентрацию (мг/мл) магния в анализируемом растворе, если интенсивность флуоресценции раствора Б равна I_x :

Вариант.....	1	2	3	4
$I_{x...}$	45	71	95	63

11. Для люминесцентного определения бора навеску руды массой m (г) растворили и после соответствующей обработки довели объем до 100,0 мл. Затем к 1,0 мл этого раствора добавили спиртовой раствор бензоина и измерили интенсивность люминесценции (I_x). Стандартные растворы содержали 4,0; 10,0 и 20,0 мг бора в 100 мл. После прибавления к 1,0 мл каждого стандартного раствора тех же реактивов и в тех же количествах, как и в случае исследуемого раствора, интенсивность люминесценции их оказалась равной 38, 65 и 108 соответственно.

Построить градуировочный график и определить массовую долю (%) бора в руде по следующим данным:

Вариант.....	1	2	3	4
m , г.....	0,2000	0,3600	0,2182	0,2500
I_x	60	100	74	86

12. Для люминесцентного определения алюминия в латуни навеску латуни массой m (г) растворили и после соответствующей обработки довели объем до 500,0 мл. Затем 10,00 мл этого раствора перенесли в колбу вместимостью 100,0 мл, прибавили раствор кислотного хром-сине-черного и довели объем до метки. Интенсивность люминесценции полученного раствора оказалась равной I_x . Интенсивность четырех стандартных растворов, содержащих в 100,0 мл 10,0; 20,0; 30,0 и 40,0 мкг алюминия, равна 60; 82; 104 и 126 соответственно.

Построить градуировочный график и определить массовую долю алюминия в латуни по следующим данным:

Вариант....	1	2	3	4
m , г.....	0,1000	0,0800	0,1600	0,1500
I_x	72	56	109	91

13. При анализе сточных вод на содержание бериллия проб; объемом 100,0 мл упарили до 1,00 мл и добавили растворы ацетатного буферного раствора и дибензоилметана. После введения в раствор изо-амилового спирта отделили органическую фазу и сняли спектр флуоресценции полученного комплекса бериллия при температуре жидкого азота.

Параллельно приготовили такую же пробу с введением 0,2 мкг бериллия и сняли спектр ее флуоресценции; измерили высоты пиков для обеих проб h_x и h_{Be} и получили следующие данные:

Вариант....	1	2	3
h_{Be} , мм.....	100	90	75
h_x	60	70	50

Вычислить концентрацию бериллия в анализируемом растворе (мкг/мл).

14. Навеску диоксида кремния массой t (г) разложили фтороводородной кислотой, добавили раствор родамина 6 Ж и бензола. Интенсивность флуоресценции экстракта измерили по отношению к раствору холостого опыта, проведенному в тех же условиях ($I_x - I_0$).

Для построения градуировочного графика к раствору, содержащему 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мкг Ta_2O_5 , прибавили родамин 6 Ж и экстрагировали бензолом. Измерили флуоресценцию экстрактов по отношению к флуоресценции нулевого раствора ($I_{cm} - I_0$): 4, 8, 16, 24, 33, 41 соответственно.

Вычислить массовую долю (%) тантала в SiO_2 по следующим данным:

Вариант ...	1	2	3
m , г.....	2,356	2,031	1,992

$I_x - I_0$	28	20	12
-------------------	----	----	----

15. Две навески SiHCl_3 массой по 10,00 г, в одну из которых ввели 0,01 мкг Ta_2O_5 , разложили фтороводородной кислотой, добавили раствор родамина 6 Ж и бензол. Интенсивность флуоресценции бензольных экстрактов измерили по отношению к нулевому раствору, содержащему все компоненты, кроме тантала.

Вычислить массовую долю (%) тантала в SiHCl_3 по следующим данным:

Вариант....	1	2	3
$I_x - I_0$	12	18	8
$I_{x+\Delta} - I_0$	18	24	13

1. Опишите методы атомизации вещества, применяемые в атомно-абсорбционном анализе. Какие источники излучения могут использоваться в атомно-абсорбционных спектрофотометрах?
2. Опишите принципиальную схему атомно-абсорбционного спектрометра и принцип действия основных его узлов.
3. Опишите атомизацию проб в графитовой печи при проведении атомно-абсорбционного анализа.
4. Опишите основные мешающие влияния в атомно-абсорбционном анализе.
5. Опишите, какими методами осуществляется пробоподготовка при проведении атомно-абсорбционного анализа органических веществ на предмет содержания летучих элементов.
6. Опишите, как осуществляется пробоподготовка при проведении атомно-абсорбционного анализа органических проб.
7. Приведите основные аналитические характеристики и примеры применения атомно-абсорбционного анализа.
8. Опишите основные методы количественного определения анализируемого вещества атомно-абсорбционной спектроскопией.
9. Опишите принцип действия лампы с полым катодом. Почему именно этот источник излучения широко используется в атомно-абсорбционной спектроскопии?
10. Опишите метод сухой минерализации проб при проведении атомно-абсорбционного анализа органических проб.
11. Пламенная атомизация проб в атомно-абсорбционном анализе: состав используемых газовых смесей, температурные и окислительно-восстановительные характеристики пламени.
12. Какие методы атомизации анализируемого вещества используются в атомно-абсорбционной спектроскопии?
13. Опишите основные количественные методы атомно-абсорбционного анализа.
14. Опишите оптическую схему 1-лучевого и 2-лучевого спектрометра. Укажите основные достоинства и недостатки этих оптических схем.

ВОПРОСЫ К КОНТРОЛЬНОМУ ЗАДАНИЮ № 1

1. Что происходит при переходе светового луча из одной среды в другую? Какой величиной характеризуется это явление?
2. Какое изменение в веществе приводит к изменению скорости и направления распространения светового луча при его переходе из одной среды в другую?
3. Рефрактометрические методы идентификации органических веществ.
4. Зависимость показателя преломления вещества от условий его измерения.
5. Дисперсия рефракции и ее применение для идентификации органических веществ.
6. Молярная рефракция и ее применение для идентификации органических веществ.
7. Принцип действия и конструкция рефрактометра Аббе.
8. Принцип действия и конструкция рефрактометра Пульфриха.
9. Опишите принцип действия и конструкции рефрактометров, предназначенных для регулирования производственных процессов
10. Опишите практическое применение рефрактометрии.
11. Опишите физические основы поляриметрического метода. Поляризованный свет, виды поляризованного света. Оптическая активность вещества – причины и разновидности.
12. Что такое дисперсия оптического вращения? Какой вид имеют типичные кривые дисперсии оптического вращения. Для чего они могут быть использованы?
13. Дайте определение понятия «удельное вращение плоскости поляризации». Как зависит величина удельного вращения плоскости поляризации от температуры? Зависит ли удельное вращение плоскости поляризации раствора оптически активного вещества от концентрации раствора и используемого растворителя?
14. Приведите оптическую схему и опишите принцип действия кругового поляриметра.
15. Приведите блок-схему и опишите принцип действия клинового поляриметра.
16. Приведите блок-схему сахариметра и опишите принцип его действия.

17. Приведите блок-схему спектрополяриметра и опишите принцип его действия..

19. Опишите применение поляриметрического метода в контроле качества продукции.

20. Опишите физические основы фотонепелометрии и фототурбидиметрии. Какие условия должны контролироваться при проведении анализа этими методами для достижения его достаточной точности и воспроизводимости?

21. В чем сущность фототурбидиметрического и фотонепелометрического титрования? Какой вид имеют кривые фототурбидиметрического и фотонепелометрического титрования?

22. Приведите основной закон светорассеяния и охарактеризуйте величины, входящие в это уравнение.

23. Какому закону подчиняется поглощение света при его прохождении через дисперсную среду.

24. Приведите оптическую схему и опишите принцип действия фотонепелометра.

12. Приведите оптическую схему и опишите принцип действия фотоэлектроколориметра.

13. Приведите примеры практического применения фотонепелометрии и фототурбидиметрии для анализа качества продукции и сырья для ее производства. Укажите аналитические характеристики соответствующих методик.

14. Дайте определение понятиям «чувствительность», «точность», «воспроизводимость», «экспрессность» анализа.

15. Какие факторы оказывают наиболее существенное влияние на стоимость анализа? В каких случаях экспрессность и экономичность анализа являются факторами, определяющими выбор конкретного метода?

16.

17. Опишите классификацию спектральных методов анализа. В чем отличие атомных и молекулярных спектров с точки зрения их аналитических возможностей? В чем различие спектров, полученных в результате взаимодействия с исследуемым веществом электромагнитного излучения различных диапазонов?

18. Почему при проведении элементного анализа методами оптической атомной спектроскопии необходима атомизация анализируемого вещества? В чем различие между оптическими и рентгеновскими атомными спектрами с точки зрения природы их происхождения?

19. Как связано число спектральных линий в спектрах атомной эмиссии со строением внешней электронной оболочки атомов и энергией возбуждения?

20. Опишите способы и механизмы атомизации вещества при проведении атомно-эмиссионного анализа. Какие побочные реакции затрудняют протекание атомизации?

21.

12. Для решения каких задач может быть использована ИК-спектроскопия? Что такое характеристическая полоса поглощения в ИК-спектре?

6. На чем основан качественный атомно-эмиссионный анализ? Какие приборы используются в этом анализе?

7. Чем отличаются спектрометрические методы анализа от спектрографических?

8. Для какой цели используются фотопленки и фотопластинки в спектральном анализе? В какой области длин волн они чувствительны? Что представляют собой сенсibilизированные фотопленки?

12. Пламя как способ атомизации анализируемого вещества и возбуждения спектра эмиссии. Структура пламени, температура, состав пламени. Газовые смеси, наиболее часто используемые в пламенной атомно-эмиссионной спектроскопии.

15. Дайте сравнительную характеристику призмы и дифракционной решетки как диспергирующего устройства спектральных приборов.

16. Какие способы приготовления образцов используются в ИК-спектроскопии в зависимости от агрегатного состояния исследуемого вещества?

17. Опишите методы атомизации пробы, используемые в атомно-эмиссионной спектроскопии. Как сказывается способ атомизации пробы на характере получаемого эмиссионного спектра?

18. Какие зависимости используются в количественном люминесцентном анализе? Приведите примеры количественного определения элементов и веществ люминесцентным методом

19. Что такое гашение люминесценции? Какие виды гашения существуют, как это явление сказывается на условиях проведения количественного люминесцентного анализа

20. Опишите схему электронных переходов при возбуждении и испускании люминесцентного свечения. Какие переходы характерны для стоковой и антистоксовой люминесценции?

21. Что такое люминесцентное излучение и какова его природа? Какие виды люминесценции различают в зависимости от способа ее возбуждения?

22. Как зависит интенсивность люминесцентного свечения анализируемого образца от концентрации анализируемого компонента, температуры, наличия примесей?

23. Какова природа атомной эмиссии? Почему атомные спектры имеют линейчатый характер?

24. Что такое флуоресценция и фосфоресценция? На чем основан люминесцентный анализ?

27. На каких принципах основывается работа фотоэлектроколориметра, спектрофотометра?

28. Как сказывается тип и качество используемого в монохроматоре диспергирующего элемента на характеристиках спектрального прибора – спектральном диапазоне, линейной и угловой дисперсии, разрешающей способности?

29. Какие свойства веществ могут быть изучены с помощью спектрофотометрии?

30. Опишите полуколичественные методы атомно-эмиссионного анализа

31. Опишите методы количественного атомно-эмиссионного анализа.

34. Для решения каких аналитических задач может быть использована рефрактометрия? Что такое дисперсия рефракции и как она может быть использована для идентификации органических соединений?

35. Что такое молярный коэффициент поглощения; физический смысл этого понятия?

36. Угол вращения плоскости поляризации и факторы, влияющие на его величину. Право- и левовращающие вещества. Мутаротация.

37. Опишите наиболее распространенные приемники излучения, применяемые в атомно-эмиссионной спектроскопии.

38. Приведите оптическую схему и опишите принцип действия прибора, используемого для проведения фототурбидиметрического анализа.

39. Какие вещества называются оптически активными? Чем обусловлено появление оптической активности? Каким оптическим методом может быть измерена оптическая активность?

40. Опишите физические основы электронной спектроскопии в УФ- и видимой области.

41. Опишите закономерности, лежащие в основе количественного спектрофотометрического анализа: