


МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ФГБОУ ВО «БАШКИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

Кафедра Аналитической химии

Актуализировано:
на заседании кафедры
Протокол № 29 от «24» июня 2019г.
Зав. кафедрой


В.Н. _____ Майстренко

Согласовано
Председатель УМК
Факультета


_____ Гарифуллина Г.Г.

Рабочая программа дисциплины (модуля)

Дисциплины Оптические методы анализа


Вариативная часть

Б1.В.ДВ.02.01

Направление подготовки магистратура
04.04.01. «Химия»

Направленность подготовки
Органическая химия

Квалификация
Магистр
(указывается квалификация)

Разработчик (составитель) Доцент, к.х.н. (должность, ученая степень, ученое звание)	 _____ /Гайнуллина Ю.Ю./ (подпись, Фамилия И.О.)
---	---

Дата приема 2019

Уфа-2019

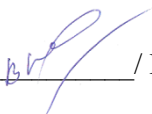
¹Программа бакалавриата, программа специалитета, программа магистратуры.

¹Бакалавр, специалист, магистр.

Составитель / составители: к.х.н., доцент Гайнуллина Ю.Ю.

Рабочая программа дисциплины утверждена на заседании кафедры аналитической химии протокол № 29 от «24» июня 2019 г.

Заведующий кафедрой

 / Майстренко В.Н.

Список документов и материалов

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы	4
---	---

2.	Цель и место дисциплины в структуре образовательной программы	9
3.	Содержание рабочей программы (объем дисциплины, типы и виды учебных занятий, учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся)	9
4.	Фонд оценочных средств по дисциплине	10
4.1.	Перечень компетенций с указанием этапов их формирования в процессе освоения образовательной программы. Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания	10
4.2.	Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций	22
4.3.	Рейтинг-план дисциплины (при необходимости)	
5.	Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины	28
5.1.	Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины	28
5.2.	Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» и программного обеспечения, необходимых для освоения дисциплины	29
6.	Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине	29

2. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

В результате освоения образовательной программы обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения по дисциплине:

Категория (группа) компетенций (при наличии ОПК)	Формируемая компетенция (с указанием кода)	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине
	<i>ПК-4.</i> способностью участвовать в научных дискуссиях и представлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций (стендовые доклады, рефераты и статьи в периодической научной печати)	<i>ПК-4.1.</i> Знать основные правила ведения научной дискуссии	Знать: основные правила ведения научной дискуссии
		<i>ПК-4.2.</i> Знать основные требования к стендовым/устным докладам при представлении полученных результатов НИР	Знать: Основные требования к стендовым/устным докладам при представлении полученных результатов НИР
		<i>ПК-4.3.</i> Уметь высказывать свою точку зрения и участвовать в диалоге (студент-студент, студент-преподаватель, студент-сотрудник лаборатории).	Уметь: высказывать свою точку зрения и участвовать в диалоге (студент-студент, студент-преподаватель, студент-сотрудник лаборатории).
		<i>ПК-4.4.</i> Владеть навыками участия в многосторонней научной беседе, используя в устной речи специфическую химическую терминологию	Владеть: навыками участия в многосторонней научной беседе, используя в устной речи специфическую химическую терминологию
	<i>ПК-6.</i> способностью определять и анализировать проблемы, планировать	<i>ПК-6.1.</i> Знать основные возможные проблемы своей профессиональной деятельности	Знать: основные возможные проблемы своей профессиональной деятельности
		<i>ПК-6.2.</i> Знать пути решения возникающих проблем	Знать: пути решения возникающих проблем
<i>ПК-6.3.</i> Уметь выявлять возникающие проблемы и осуществлять их разбор с целью поиска путей их решения		Уметь: выявлять возникающие проблемы и осуществлять их разбор с целью поиска путей их решения	

	стратегию их решения, брать на себя ответственность за результат деятельности	<i>ПК-6.4.</i> Уметь выделять главные проблемы при исполнении своей профессиональной деятельности	Уметь: выделять главные проблемы при исполнении своей профессиональной деятельности
		<i>ПК-6.4.</i> Владеть способностью к определению и анализу проблем, возникающих при исполнении своей профессиональной деятельности	Владеть: способностью к определению и анализу проблем, возникающих при исполнении своей профессиональной деятельности
	<i>ПК-7.</i> владением методами отбора материала, преподавания и основами управления процессом обучения в образовательных организациях высшего образования	<i>ПК-7.1.</i> Знать основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.	Знать: основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.
		<i>ПК-7.2.</i> Уметь правильно составлять конспект лекций, определять главные положения изложения предмета.	Уметь: правильно составлять конспект лекций, определять главные положения изложения предмета.
		<i>ПК-7.3.</i> Уметь на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий	Уметь: на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий
		<i>ПК-7.4.</i> Владеть навыками в отборе материала для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.	Владеть: навыками в отборе материала для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.

2 Цель и место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина «Оптические методы анализа» относится к вариативной части образовательной программы.

Дисциплина изучается на 1 курсе в 2 семестре.

Цели изучения дисциплины:

– формирование у магистров современных представлений об уровне научных достижений в области химии;

– освоение совокупности средств, приемов, способов и методов человеческой деятельности, направленной на формирование специальных умений для решения современных задач химии.

Для освоения дисциплины необходимы компетенции, сформированные в рамках изучения следующих дисциплин: физическая химия и катализ, коллоидная химия, химии неорганических, органических и высокомолекулярных соединений, химическая технология.

3. Содержание рабочей программы (объем дисциплины, типы и виды учебных занятий, учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся)

Содержание рабочей программы представлено в Приложении №

4.1. Перечень компетенций с указанием этапов их формирования в процессе освоения образовательной программы. Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания

Код и формулировка компетенции **ПК-4.** способностью участвовать в научных дискуссиях и представлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций (стендовые доклады, рефераты и статьи в периодической научной печати)

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине	Критерии оценивания результатов обучения	
		«Незачтено»	«Зачтено»
ПК-4.1. Знать основные правила ведения научной дискуссии	Знать: основные правила ведения научной дискуссии	Затрудняется в ведении научной дискуссии	Знает основные правила ведения научной дискуссии
ПК-4.2. Знать основные требования к стендовым/устным докладам при представлении полученных результатов НИР	Знать: Основные требования к стендовым/устным докладам при представлении полученных результатов НИР	Затрудняется в оформлении результатов НИР по правилам	Знает основные требования к стендовым/устным докладам.
ПК-4.3. Уметь высказывать свою точку зрения и участвовать в диалоге (студент-студент, студент-преподаватель, студент-сотрудник лаборатории).	Уметь: высказывать свою точку зрения и участвовать в диалоге (студент-студент, студент-преподаватель, студент-сотрудник лаборатории).	Затрудняется в высказывании своей точки зрения	Умеет высказывать свою точку зрения и участвовать в диалоге со специалистами различного уровня
ПК-4.4. Владеть навыками участия в многосторонней научной беседе, используя в устной речи специфическую химическую терминологию	Владеть: навыками участия в многосторонней научной беседе, используя в устной речи специфическую химическую терминологию	Затрудняется в использовании терминологии	Владеет навыками участия в научной беседе, свободно использует специфическую химическую терминологию

Код и формулировка компетенции **ПК-6.** способностью определять и анализировать проблемы, планировать стратегию их решения, брать на себя ответственность за результат деятельности

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине	Критерии оценивания результатов обучения	
		«Незачтено»	«Зачтено»
ПК-6.1. Знать	Знать: основные возможные	Затрудняется в	Знает основные возможные

основные возможные проблемы своей профессиональной деятельности	проблемы своей профессиональной деятельности	формулировании возможных проблем	проблемы своей профессиональной деятельности
ПК-6.2. Знать пути решения возникающих проблем	Знать: пути решения возникающих проблем	Затрудняется в формулировании путей решения возникающих проблем	Знает пути решения возникающих проблем
ПК-6.3. Уметь выявлять возникающие проблемы и осуществлять их разбор с целью поиска путей их решения	Уметь: выявлять возникающие проблемы и осуществлять их разбор с целью поиска путей их решения	Затрудняется в выявлении возникающих проблем	Умеет выявлять возникающие проблемы и осуществлять их разбор с целью поиска путей их решения
ПК-6.4. Уметь выделять главные проблемы при исполнении своей профессиональной деятельности	Уметь: выделять главные проблемы при исполнении своей профессиональной деятельности	Затрудняется в выделении главных проблем	Уметь выделять главные проблемы при исполнении своей профессиональной деятельности
ПК-6.5. Владеть способностью к определению и анализу проблем, возникающих при исполнении своей профессиональной деятельности	Владеть: способностью к определению и анализу проблем, возникающих при исполнении своей профессиональной деятельности	Затрудняется в определении возникающих проблем	Владеет способностью к определению и анализу проблем, возникающих при исполнении своей профессиональной деятельности

Код и формулировка компетенции **ПК-7.** владением методами отбора материала, преподавания и основами управления процессом обучения в образовательных организациях высшего образования

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения дисциплине	Критерии оценивания результатов обучения	
		«Незачтено»	«Зачтено»
ПК-7.1. Знать основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.	Знать: основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.	Не способен грамотно подобрать основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.	Знает основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.
ПК-7.2. Уметь правильно составлять	Уметь: правильно составлять конспект лекций, определять	Не способен грамотно составлять конспект	Умеет правильно составлять конспект

конспект лекций, определять главные положения изложения предмета.	главные положения изложения предмета.	лекций, определять главные положения изложения предмета.	лекций, определять главные положения изложения предмета.
ПК-7.3. Уметь на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий	Уметь: на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий	Не способен грамотно на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий.	Умеет на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий.
ПК-7.4. Владеть навыками в отборе материала для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.	Владеть: навыками в отборе материала для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.	Не способен грамотно отбирать материал для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.	Способен грамотно отобрать материал для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.

4.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине	Оценочные средства
ПК-4.1. Знать основные правила ведения научной дискуссии	Знать: основные правила ведения научной дискуссии	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет, рефераты
ПК-4.2. Знать основные требования к стендовым/устным докладам при представлении полученных результатов НИР	Знать: Основные требования к стендовым/устным докладам при представлении полученных результатов НИР	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет, рефераты
ПК-4.3. Уметь высказывать свою точку зрения и участвовать в диалоге (студент-студент, студент-преподаватель, студент-сотрудник лаборатории).	Уметь: высказывать свою точку зрения и участвовать в диалоге (студент-студент, студент-преподаватель, студент-сотрудник лаборатории).	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет, реферат
ПК-4.4. Владеть навыками участия в многосторонней научной беседе, используя в устной речи специфическую химическую терминологию	Владеть: навыками участия в многосторонней научной беседе, используя в устной речи специфическую химическую терминологию	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-6.1. Знать основные возможные проблемы своей профессиональной деятельности	Знать: основные возможные проблемы своей профессиональной деятельности	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-6.2. Знать пути решения возникающих проблем	Знать: пути решения возникающих проблем	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-6.3. Уметь выявлять возникающие проблемы и осуществлять их разбор с целью поиска путей их решения	Уметь: выявлять возникающие проблемы и осуществлять их разбор с целью поиска путей их решения	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-6.4. Уметь выделять главные проблемы при исполнении своей профессиональной деятельности	Уметь: выделять главные проблемы при исполнении своей профессиональной деятельности	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-6.4. Владеть способностью к определению и анализу проблем, возникающих при исполнении своей профессиональной деятельности	Владеть: способностью к определению и анализу проблем, возникающих при исполнении своей профессиональной деятельности	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-7.1. Знать основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.	Знать: основную литературу по методике преподавания химии, проведению экспериментальных работ.	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-7.2. Уметь правильно составлять конспект лекций, определять главные положения изложения предмета.	Уметь: правильно составлять конспект лекций, определять главные положения изложения предмета.	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-7.3. Уметь на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий	Уметь: на основе учебной литературы выделять главное и использовать эти сведения для объяснения результатов практических работ, обладать навыками подбора и решения задач для проведения семинарских занятий	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет
ПК-7.4. Владеть навыками в отборе материала для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.	Владеть: навыками в отборе материала для проведения практических занятий и лабораторных работ по результатам анализа литературных данных.	Коллоквиум, лабораторные работы, зачет

**Темы рефератов
по курсу
«Оптические методы анализа»**

1. Классификация спектроскопических методов.
2. Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы.
3. Аппаратура в спектральном анализе.

Темы докладов

1. Практические аспекты спектрофотометрического анализа.
2. Рентгенофлуоресцентный спектральный метод в анализе биологических сред.
3. Спектральный анализ в экологическом мониторинге.

Критерии оценки (в баллах):

- 25 баллов выставляется студенту, если студент полностью раскрыл тему реферата, даны развернутые ответы на все пункты содержания реферата, продемонстрировано знание терминологии, основных моментов, умение применять теоретические знания при выполнении практических заданий. Заключение (выводы) раскрывают суть работы. Список литературы не менее 15 современных источников. Уникальность при проверке на антиплагиат не менее 65 %;
- 15 баллов выставляется студенту, если студент имеет небольшие неточности в раскрытии темы реферата, даны полные ответы не на все пункты содержания реферата, продемонстрировано знание терминологии, основных моментов, умение применять теоретические знания при выполнении практических заданий. Заключение (выводы) раскрывают суть работы. Список литературы не менее 10 современных источников. Уникальность при проверке на антиплагиат не менее 65 %;
- 5 баллов выставляется студенту, если студент неполностью раскрыл тему реферата, даны неполные ответы не на все пункты содержания реферата, продемонстрировано знание терминологии, основных моментов, умение применять теоретические знания при выполнении практических заданий. Заключение (выводы) не полностью раскрывают суть работы. Список литературы не менее 5 современных источников. Уникальность при проверке на антиплагиат не менее 65 %;
- 0 баллов выставляется студенту, если студент не полностью раскрыл тему реферата, не даны развернутые ответы на большинство пунктов содержания реферата, не продемонстрировано знание терминологии, основных моментов, умение применять теоретические знания при выполнении практических заданий. Заключение (выводы) не раскрывают суть исследования. Список литературы менее 15 современных источников. Уникальность при проверке на антиплагиат менее 65 %.

Вопросы к Коллоквиуму

1. Инструментальные методы анализа и их классификация.
2. Какие параметры характеризуют индивидуальную полосу поглощения вещества в спектре?
3. Что такое максимум светопоглощения?
4. В каком интервале значений оптической плотности рекомендуется работать на спектрофотометрах и фотоэлектроколориметрах?
5. В каком спектральном интервале в качестве источника света используют лампу накаливания, водородную лампу, дейтериевую лампу?
6. Какие факторы необходимо учитывать при выборе рабочей длины волны, если спектр поглощения анализируемого вещества имеет несколько максимумов?
7. Какие кюветы используют при работе в УФ и видимой области спектра?
8. Что происходит с веществами при поглощении электромагнитного светового излучения?

9. Какова сущность закона Бугера-Ламберта-Бера?
10. Какие методы определений используют в колориметрии?
11. Какие параметры характеризуют спектры поглощения веществ?
12. Какие приборы используют в колориметрии и фотоколориметрии?
13. В чем заключается отличие спектрофотометрии от колориметрии?
14. Какие приборы используют в спектрофотометрии?
15. В чем состоит принципиальное отличие дифференциальной фотометрии от прямой фотометрии?
16. В чем состоит преимущество дифференциальной фотометрии перед прямой фотометрией?
17. Погрешности спектрофотометрического анализа.
18. Фотометрическое титрование. Сущность метода, примеры определений.
19. Погрешности фотометрического анализа. Факторы их вызывающие.
20. Какой вид имеет градуировочный график в методе дифференциальной фотометрии?
21. В каких случаях используют метод дифференциальной фотометрии?
22. Укажите пределы значений величин оптических плотностей, измеряемых с наименьшей ошибкой.
23. Что используют в качестве раствора сравнения в дифференциальной фотометрии?
24. Приведите формулу для расчета концентрации определяемого вещества в дифференциальной фотометрии.
25. Напишите реакцию, которая лежит в основе определения меди дифференциальным методом.

Критерии оценки коллоквиума

- 0 баллов выставляется студенту, если студент не имеет представления об обсуждаемом вопросе;
- 2 балла выставляется студенту, если студент имеет фрагментарные представления об обсуждаемом вопросе;
- 4 балла выставляется студенту, если студент имеет неполные представления об обсуждаемом вопросе;
- 6 баллов выставляется студенту, если студент имеет сформированные, но содержащие существенные пробелы представления об обсуждаемом вопросе;
- 8 баллов выставляется студенту, если студент имеет сформированные, но содержащие отдельные пробелы представления об обсуждаемом вопросе;
- 10 баллов выставляется студенту, если студент имеет сформированные систематические представления об обсуждаемом вопросе.

ВОПРОСЫ К ЗАЧЕТУ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «Оптические методы анализа»

1. На чем основаны фотометрические методы анализа?
 - + на избирательном поглощении света растворами анализируемых соединений,
 - на отражении света растворами анализируемых соединений,
 - на свечении, вызванным переходом электрона в возбужденное состояние,
 - на излучении атомов, содержащихся в анализируемом образце.
2. Чем отличается спектрофотометрический метод анализа от фотоколориметрического метода?
 - спектрофотометрический анализ на поглощении полихроматического света,
 - + спектрофотометрический анализ основан на поглощении монохроматического света,
 - ничем,
 - в спектрофотометрическом анализе обходятся без использования светофильтра или монохроматора.
3. Что такое спектры поглощения?
 - + это графическое изображение поглощаемой световой энергии по длинам волн,
 - это графическое изображение распределения излучаемой световой энергии по динам волн,

- это графическое изображение распределения концентрации определяемого вещества по длинам волн,
- это графическое изображение распределения толщины светопоглощающего раствора по длинам волн.

4. Какое уравнение отражает правило аддитивности оптической плотности?

$$1. A = \varepsilon_1 c_1 l + \varepsilon_2 c_2 l + \dots + \varepsilon_n c_n l$$

$$2. A = \varepsilon_x c_x l - \sum (\varepsilon_2 c_2 l + \dots + \varepsilon_n c_n l)$$

$$3. A = \frac{\varepsilon_1 c_1 l + \varepsilon_2 c_2 l + \dots + \varepsilon_n c_n l}{\varepsilon_x c_x l}$$

$$4. A = \frac{\varepsilon_x c_x l}{\varepsilon_1 c_1 l + \varepsilon_2 c_2 l + \dots + \varepsilon_n c_n l}$$

Правильный ответ № 1.

5. В каких случаях используется правило аддитивности оптической плотности?

- когда каждый компонент поглощает свет в своей области спектра,
- когда в растворе присутствует только один компонент, поглощающий свет,
- + когда в любой области спектра одновременно свет поглощают несколько компонентов и необходимо определить концентрацию каждого из них,
- в фотометрических методах анализа правило аддитивности не используется.

6. Чем объясняется природа спектров поглощения в ультрафиолетовой и видимой областях спектра?

- + числом и перемещением электронов в поглощающих свет молекулах и ионов,
- числом атомов, входящих в состав молекул,
- колебанием атомных ядер, входящих в состав молекул,
- перераспределением энергии между вращением и колебанием ядер в молекулах.

7. От чего зависит значение молярного коэффициента светопоглощения?

- от концентрации определяемого компонента,
- от толщины светопоглощающего слоя,
- от наличия примесей, присутствующих в растворе,
- + от природы определяемого компонента.

8. Каково назначение светофильтров, использующихся в фотокolorиметрии?

- + светофильтры пропускают световое излучение лишь в определенном интервале длин волн, которое максимально поглощается раствором,
- светофильтры пропускают лучи монохроматического света,
- светофильтры пропускают лучи полихроматического света,
- светофильтры разлагают полихроматический свет на монохроматические составляющие.

9. Как выглядит основной закон светопоглощения?

$$1. I_0 = I \cdot 10^{-\varepsilon \lambda c l} \quad 2. I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon \lambda c l} \quad 3. I_0 = I \cdot 10^{-\varepsilon \lambda l / c} \quad 4. I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon \lambda / c}$$

Правильный ответ № 2

10. Что является аналитическим сигналом в фотометрических методах анализа?

- максимальная длина волны в спектре поглощения,
- ширина спектральной линии,
- + оптическая плотность раствора,
- концентрация определяемых компонентов.

11. Что понимают под контрастностью фотометрических реакций идентифицируемых соединений?

- + разность длин волн максимумов поглощения идентифицируемых соединений,
- сумму длин волн максимумов поглощения идентифицируемых соединений,
- максимальную длину волны поглощения определяемого элемента,
- разность длин волн поглощения определяемого элемента и примесных элементов, присутствующих в растворе.

12. Какое из приведенных уравнений используется в методе стандартных добавок?

$$1. \frac{A_x}{A_{x+d}} = \frac{c_x}{c_x + c_d} \quad 2. \frac{A_x}{A_{x+d}} = \frac{c_x}{c_x - c_d} \quad 3. \frac{A_{x+d}}{A_x} = \frac{c_x}{c_x + c_d} \quad 4. \frac{A_{x+d}}{A_x} = \frac{c_x}{c_x - c_d}$$

Правильный ответ № 2

13. Какое из приведенных уравнений используется в методе сравнения?

1. $c_X = c_{CT}(I_X + I_{CT})$. 2. $c_X = c_{CT}(I_X - I_{CT})$ 3. $c_X = A_X c_{CT} / A_{CT}$. 4. $c_X = A_{CT} c_{CT} / A_X$.

Правильный ответ № 2

14. В чем сущность дифференциального фотометрического метода?

- оптическую плотность анализируемого раствора измеряют относительно растворителя,
- + оптическую плотность анализируемого раствора измеряют относительно раствора определяемого компонента с известной концентрацией,
- оптическую плотность анализируемого раствора измеряют относительно раствора определяемого компонента с нулевой концентрацией,
- оптическую плотность анализируемого раствора измеряют относительно раствора холостой пробы.

15. Какие растворы анализируют с помощью дифференциального фотометрического метода?

- + концентрированные растворы, у которых значение оптической плотности больше единицы,
- растворы, у которых значение оптической плотности находится в интервале 0.2–0.6,
- растворы, у которых значение оптической плотности может изменяться в наиболее широком интервале значений 0.05–0.9,
- разбавленные растворы, у которых значение оптической плотности находится в интервале 0.05–0.2.

16. Какие стандартные растворы используются в методе двухсторонней дифференциальной фотометрии?

- стандартные растворы с концентрацией большей, чем у раствора сравнения,
- стандартные растворы с концентрацией меньшей, чем у раствора сравнения,
- + стандартные растворы с концентрацией большей и меньшей, чем у раствора сравнения,
- стандартные растворы с концентрацией, близкой к концентрации раствора сравнения.

17. Какое обязательное условие должно соблюдаться при определении концентрации раствора методом стандартных добавок?

- линейная зависимость оптической плотности от концентрации,
- + прямая пропорциональная зависимость оптической плотности от концентрации,
- отсутствие в растворе посторонних веществ,
- оптические плотности анализируемого раствора с добавкой и без нее должны быть одинаковыми.

18. Какие типы комплексных соединений находят наибольшее применение в экстракционно-фотометрических методах анализа?

- положительно заряженные хелаты,
- отрицательно заряженные хелаты,
- + нейтральные внутрикомплексные соединения,
- комплексные соединения любого типа.

19. Какая экспериментальная зависимость используется в фотометрическом титровании?

- Оптическая плотность – молярный коэффициент поглощения.
- Молярный коэффициент поглощения – концентрация.
- + Оптическая плотность – объем.
- Оптическая плотность – толщина поглощающего слоя.

20. Какую выбирают оптимальную длину волны поглощающего света, когда полосы поглощения в спектрах анализируемого соединения MR и применяемого реагента R перекрываются?

- Длину волны, где $\epsilon_R > \epsilon_{MR}$.
- Длину волны, где $\epsilon_{MR} > \epsilon_R$.
- Длину волны, где $\epsilon_R = \epsilon_{MR}$.
- + Длину волны, где отношение $\epsilon_{MR} / \epsilon_R$ (или A_{MR} / A_R) наибольшее.

21. Каким фактором преимущественно определяется чувствительность фотометрического определения?

- избыточным количеством добавленного фотометрического реагента
- строго стехиометрическим количеством добавленного фотометрического реагента

+ значением молярного коэффициента поглощения

– оптической плотностью раствора.

22. Какой фотометрический метод количественного определения целесообразно использовать в заводской лаборатории, осуществляющей повседневный контроль за технологическим процессом?

– метод сравнения оптических плотностей анализируемого и стандартного растворов,

– метод добавок,

+ метод градуировочного графика,

– фотометрическое титрование.

23. Каким фотометрическим методом целесообразно воспользоваться при количественном определении компонента в пробе, состав которой неизвестен?

– метод сравнения,

+ метод добавок,

– метод градуировочного графика,

– дифференциальный метод.

24. Какое из приведенных уравнений подтверждает соблюдение основного закона светопоглощения?

1. $A = Kc + b$ 2. $A = Kc - b$ 3. $\frac{A_1}{l_1} = \frac{A_2}{l_2}$ 4. $\frac{\epsilon_{\lambda_1}}{l_1} = \frac{\epsilon_{\lambda_2}}{l_2}$

Правильный ответ № 3

25. С какой целью измеряют оптическую плотность одного и того же раствора в кюветах с различной толщиной поглощающего слоя?

– для получения более точных результатов,

+ для выяснения соблюдения основного закона светопоглощения,

– для исключения систематических погрешностей,

– для уменьшения влияния посторонних веществ, присутствующих в растворе.

26. Какое влияние может оказывать рН раствора на выход окрашенного металлокомплекса, образованного только за счет донорно-акцепторной (координационной) связи?

– выход комплекса может увеличиваться с увеличением рН раствора,

+ выход комплекса может уменьшаться с увеличением рН раствора,

– выход комплекса не зависит от рН раствора,

– максимальный выход комплекса наблюдается в узком интервале рН раствора.

27. В чем состоит преимущество спектрофотометрии перед фотоколориметрией?

– в спектрофотометрии не требуется строгое соблюдение постоянства рН анализируемого раствора,

+ спектрофотометрия обеспечивает более высокую чувствительность и точность определений,

– в спектрофотометрии не требуется монохроматизация поглощаемого света,

– в спектрофотометрии не требуется количественный перевод определяемого компонента в светопоглощающее соединение.

28. При какой кислотности раствора целесообразно проводить фотометрические реакции ионов металлов с анионами сильных кислот?

– в нейтральных средах,

– при любых значениях рН,

+ в достаточно кислых средах,

– в узком интервале рН, где побочные реакции ионов металлов и реагента протекают в наименьшей степени.

29. Чем отличается спектрофотометрия от фотоколориметрии?

– в спектрофотометрии используется поглощение только полихроматического света,

+ спектрофотометрия применяется при анализе в более широком диапазоне длин волн поглощаемого света,

– в спектрофотометрии результаты определений не зависят от рН анализируемого раствора,

– спектрофотометрию можно применять при анализе растворов светопоглощающих соединений в органических растворителях.

30. Что называют оптической плотностью раствора?

– Разность интенсивности света до и после поглощающего слоя: $I_0 - I$.

– Отношение прошедшего через поглощающий слой светового потока к его величине до поглощения: I/I_0 .

– Степень поглощения света раствором: $(I_0 - I)/I_0$.

+ Логарифм отношения интенсивности света до его поглощения к интенсивности света, прошедшего через поглощающий слой: $\lg(I_0/I)$.

31. Возможно ли одновременное фотокolorиметрическое определение двух компонентов при их совместном присутствии?

– возможно при соблюдении основного закона светопоглощения для каждого из компонентов,

+ возможно, если полосы поглощения компонентов находятся в разных областях видимого спектра или перекрываются только частично,

– невозможно, т.к. окраска раствора будет смешанной, соответствующей наложению окрасок (цветов) обоих компонентов,

– невозможно ни при каких условиях.

32. Возможно ли одновременное фотометрическое определение двух компонентов при их совместном присутствии, если полосы поглощения в спектрах этих компонентов полностью перекрываются?

– невозможно,

– возможно с помощью фотокolorиметров с применением разных светофильтров,

+ возможно только с помощью спектрофотометров с использованием правила аддитивности оптических плотностей,

– возможно, если молярные коэффициенты поглощения компонентов не зависят от их концентраций.

33. При какой кислотности раствора целесообразно проводить фотометрические реакции ионов металлов с анионами слабых кислот?

– в нейтральных средах,

– при любой кислотности,

– в достаточно кислых средах, исключающих реакции гидроксокомплексобразования катионов металлов,

+ в узком интервале pH, где суммарный эффект гидроксокомплексобразования катионов металлов и протонизации реагента минимален.

34. Какой из указанных факторов является основным, от которого зависит минимальная определяемая концентрация?

– толщина поглощающего слоя раствора,

+ молярный коэффициент поглощения,

– pH раствора,

– избыток добавляемого фотометрического реагента.

35. С какой целью в фотометрическом анализе используют хорошо смешивающиеся с водой органические растворители?

+ для увеличения устойчивости неустойчивых в воде светопоглощающих соединений,

– для экстракции светопоглощающих соединений,

– для повышения селективности определений,

– для исключения отклонений от основного закона светопоглощения.

36. Какой (какие) фактор/ы не влияют на соблюдение основного закона светопоглощения?

– низкая устойчивость светопоглощающих соединений в растворах,

– диссоциация светопоглощающих соединений при разбавлении растворов,

– недостаточная монохроматичность поглощающего света,

+ толщина поглощающего слоя раствора.

Выберите один или несколько возможных вариантов ответа.

37. От каких из указанных факторов не зависит молярный коэффициент поглощения?

– от природы растворителя,

– от длины волны поглощаемого света,

+ от концентрации раствора светопоглощающего соединения,

– от степени монохроматичности поглощаемого света,

+ от толщины поглощающего слоя раствора.

38. Какая количественная характеристика в экстракционно-фотометрическом методе непосредственно влияет на правильность получаемых результатов?

- константа распределения,
- коэффициент распределения,
- + степень извлечения,
- фактор разделения,
- фактор обогащения.

Критерий оценивания зачета: «Зачтено» или «Незачтено»

Ответ студента на зачете оценивается одной из следующих оценок: «зачтено» и «незачтено», которые выставляются по следующим критериям.

Оценки «зачтено» заслуживает студент, обнаруживший всестороннее, систематическое и глубокое знание учебного и нормативного материала, умеющий свободно выполнять задания, предусмотренные программой, усвоивший основную и знакомый с дополнительной литературой, рекомендованной кафедрой.

Также оценка «зачтено» выставляется студентам, обнаружившим полное знание учебного материала, успешно выполняющим предусмотренные в программе задания, усвоившим основную литературу, рекомендованную кафедрой, демонстрирующие систематический характер знаний по дисциплине и способные к их самостоятельному пополнению и обновлению в ходе дальнейшей учебной работы и профессиональной деятельности.

Наконец, оценкой «зачтено» оцениваются ответы студентов, показавших знание основного учебного материала в объеме, необходимом для дальнейшей учебы и в предстоящей работе по профессии, справляющихся с выполнением заданий, предусмотренных программой, но допустившим погрешности в ответе на экзамене и при выполнении контрольных заданий, не носящие принципиального характера, когда установлено, что студент обладает необходимыми знаниями для последующего устранения указанных погрешностей под руководством преподавателя.

Оценка «незачтено» выставляется студентам, обнаружившим пробелы в знаниях основного учебного материала, допускающим принципиальные ошибки в выполнении предусмотренных программой заданий. Такой оценки заслуживают ответы студентов, носящие несистематизированный, отрывочный, поверхностный характер, когда студент не понимает существа излагаемых им вопросов, что свидетельствует о том, что студент не может дальше продолжать обучение или приступать к профессиональной деятельности без дополнительных занятий по соответствующей дисциплине

Лабораторные работы

1.1. Определение метода и основные понятия рефрактометрии

Рефрактометрический метод – это метод, который основан на том, что при переходе светового луча из среды 1 в среду 2 вследствие различия их физических свойств происходит изменение скорости и направления распространения электромагнитных волн. Экспериментально измеряемой характеристикой этих изменений является показатель (коэффициент) преломления n . Относительный показатель преломления среды 2 по отношению к среде 1 выражается уравнением (закон Снеллиуса): $n_2 \sin \beta = n_1 \sin \alpha$, (1.1) где v_1, v_2 – скорости распространения световой волны в средах 1 и 2 соответственно; α – угол падения луча, т. е. угол между направлением луча в среде 1 и нормалью к плоскости раздела сред; β – угол преломления, т. е. угол между направлением луча в среде 2 и нормалью к плоскости раздела сред (рис. 1.1). Если луч света переходит из среды 1 с меньшей преломляющей способностью в среду 2 с большей преломляющей способностью, то угол преломления β будет меньше угла падения α .

1. РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ Рис. 1.1. Преломление света Абсолютный показатель преломления среды 2 – это показатель преломления этой среды, измеренный относительно вакуума: $n_2 = \frac{c}{v_2}$, $n_1 = \frac{c}{v_1}$

$n = \sqrt{\epsilon}$ (1.2) где c – скорость света в вакууме. Основные факторы, влияющие на величину показателя преломления вещества: а) физико-химические свойства вещества: – плотность ρ (чем больше плотность вещества, тем больше его показатель преломления); – диэлектрическая постоянная ϵ среды. Величина ϵ показывает, во сколько раз в данной среде сила взаимодействия между зарядами меньше по сравнению с вакуумом, где эта характеристика, называемая электрической постоянной ϵ_0 , равна $8,85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м. Показатель преломления среды связан с ее диэлектрической постоянной ϵ уравнением $n = \sqrt{\epsilon}$; (1.3) – поляризуемость α , которая характеризует способность молекулы (атома) под воздействием внешнего поля (в данном случае электромагнитного поля, создаваемого световой волной) деформировать электронные оболочки с возникновением индуцированного дипольного момента молекулы (индуцированного диполя), величина которого пропорциональна напряженности поля. Поляризуемость α молекулы зависит только от ее строения и объема и не зависит от температуры, поскольку тепловое движение молекул 1.1. Определение метода и основные понятия рефрактометрии 13 неполярных диэлектриков не приводит к возникновению у них дипольных моментов. Все указанные физико-химические свойства влияют на поляризацию P молекул вещества и величину его молярной R_M и удельной r рефракции. Поляризация P молекулы связана с диэлектрической проницаемостью и другими ее индивидуальными характеристиками: деформационная поляризация P_{def} , ориентационная поляризация P_{or} , $\epsilon = \epsilon_0 + \epsilon_{def} + \epsilon_{or}$ (1.4) где R_{def} – деформационная поляризация; P_{or} – ориентационная поляризация; ϵ – диэлектрическая постоянная; M – молекулярная масса вещества; d – плотность вещества; NA – число Авагадро ($NA = 6,022 \cdot 10^{23}$); α – поляризуемость молекулы. Поскольку $\epsilon = n^2$, (1.5) электронную поляризацию $R_{эл}$ молекулы и равную ей молярную рефракцию R_M можно вычислить по формуле Лорентца – Лоренца:
$$\frac{R_{эл}}{M} = \frac{4\pi N_A}{3} \frac{\alpha}{M} + \frac{R_{def}}{M} + \frac{R_{or}}{M} \quad (1.6)$$
 В физико-химических исследованиях пользуются также удельной рефракцией:
$$\frac{R_M}{d} = \frac{4\pi N_A}{3} \frac{\alpha}{d} + \frac{R_{def}}{d} + \frac{R_{or}}{d} \quad (1.7)$$
 Молярная рефракция имеет размерность объема, отнесенного к 1 молю вещества ($см^3 / моль$), удельная рефракция – размерность объема, отнесенного к 1 грамму ($см^3 / г$). Приблизительно рассматривая молекулу как сферу радиуса r проводящей поверхностью, показано, что электронная поляризуемость $\alpha_{эл} = \frac{4}{3} \pi r^3 \cdot \epsilon_0$. В этом случае $\frac{R_M}{M} = \frac{4}{3} \pi N_A r^3 \cdot \epsilon_0$, (1.8) т. е. молярная рефракция равна собственному объему молекул 1 моля вещества. 14 1. РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ Для неполярных веществ $R_M \cong P$, для полярных R_M меньше P на величину ориентационной поляризации. Как следует из уравнения (1.8), величина молярной рефракции определяется только поляризуемостью и не зависит от температуры и агрегатного состояния вещества, т. е. является характеристической константой вещества; б) условия измерения: – температура. Зависимость показателя преломления вещества от температуры выражается уравнением степенного ряда (1.9):
$$n = n_0 + k_1 \frac{t - t_0}{100} + k_2 \left(\frac{t - t_0}{100} \right)^2 + \dots \quad (1.9)$$
 где n – показатель преломления среды, измеренный при температуре t ; n_0 – показатель преломления среды, измеренный при температуре t_0 °C; k_1, k_2, \dots – температурные коэффициенты показателя преломления, значения которых для различных сред индивидуальны. Для газов показатель преломления зависит и от давления. Общая зависимость показателя преломления газов от температуры и давления выражается формулой
$$n = n_0 \left(1 + \frac{P}{P_0} \right) \left(1 + \gamma \frac{t - t_0}{100} \right) + \alpha \quad (1.10)$$
 где n – показатель преломления при давлении P и температуре t ; n_0 – показатель преломления при нормальных условиях; P – давление в мм рт. ст.; α и γ – коэффициенты, зависящие от природы газа (для воздуха $\alpha = 3,67 \cdot 10^{-3}$; $\gamma = 7 \cdot 10^{-7}$); – длина волны λ монохроматического светового луча. Для большинства газов, жидкостей и растворов чем больше λ , тем ниже значение n . Для твердых веществ эта зависимость может быть существенно более сложной. Зависимость показателя преломления среды от длины волны светового луча называется дисперсией показателя преломления (рефракции). Различают среднюю и относительную дисперсии показателя преломления. Средняя дисперсия – это разность между значениями показателей преломления, измеренными при различных длинах волн. Например, на лабораторном рефрактометре ИРФ-454 Б2М можно определить среднюю дисперсию ($n_F - n_C$). Относительная дисперсия – безразмерная величина:
$$\frac{n_F - n_C}{n_D} = \omega \quad (1.11)$$
 1.2. Приборы для измерения показателя преломления 15 где n_F, n_C, n_D – показатели преломления, измеренные для линий F и C в спектре водорода и D-линии в спектре натрия (значения относительной дисперсии для некоторых углеводородов

приведены в табл. П.1); – тип растворителя и концентрация растворенного вещества. Влияние этих факторов на измеряемую величину показателя преломления раствора обусловлено тем, что каждый растворитель имеет собственное значение этой характеристики, а величина показателя преломления растворенного вещества пропорциональна его содержанию в растворе. Суммарное значение показателя преломления раствора может быть рассчитано по уравнению $n_D = n_0 + \omega F$, (1.12) где n_D – показатель преломления раствора; n_0 – показатель преломления растворителя; F – рефрактометрический аналитический коэффициент; ω – массовая доля растворенного вещества. Определить показатель преломления раствора расчетным путем по формуле (1.12) нельзя, поскольку фактор F зависит от конкретных условий измерений и может быть рассчитан для них только экспериментально. Все рефрактометрические измерения необходимо проводить при постоянных значениях длины волны светового луча и температуры ($\lambda = \text{const}$, $t = \text{const}$), которые указываются при записи результатов измерений, например, в виде $20 D_n$, где надстрочный индекс 20 показывает, что измерения проведены при 20°C, а подстрочный индекс D обозначает, что длина волны, при которой проведены измерения, соответствуют желтой линии в спектре натрия.

Лабораторная работа 2 Количественное определение однокомпонентных лекарственных средств

Цель работы: провести количественное определение ЛС, содержащих одно ЛВ, методом спектрофотометрии. Оборудование: • спектрофотометр ПЭ-5400УФ с набором кювет; • весы аналитические не ниже 2-го класса точности; • фарфоровая ступка; • колбы по ГОСТ 1770-74, пипетки по ГОСТ 20292-74; • установка для водяной бани. Опыт 1. Количественное определение содержания рибофлавина в препарате методом удельного коэффициента. Сущность метода определения. Метод основан на спектрофотометрическом определении рибофлавина (ФС 585 ГФ Х, см. прил. 2), обладающего максимумом поглощения в УФ-области при $\lambda = 267$ нм. Объект анализа — благомин — витамин В2 (рибофлавин) в капсулах, 0,002 г. Рибофлавин (витамин В2, 6,7-диметил-9-(D-1-рибитил)-изоаллоксазин) — один из наиболее важных водорастворимых витаминов, кофермент многих биохимических процессов: NHNNOON3CH3CH2CN (СНОН)3СН2ОН 22 Реактивы: • кислота уксусная ледяная CH3COOH по ГОСТ 61-75; • натрий уксуснокислый 3-водный по ТУ 6-09-1567-78, «ос.ч.» и раствор ацетата натрия $\text{CH3COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ концентрации 0,1 моль/дм³; • вода деионизированная по ТУ-9452-001-46824383-00. Ход анализа 1. Приготовление раствора рибофлавина Взвешивают содержимое капсулы рибофлавина, затем измельчают в фарфоровой ступке. Рассчитывают массу навески для приготовления 1000 см³ 0,006 % раствора с учетом того, что каждая капсула содержит 0,002 г действующего вещества. Навеску растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в смеси 2 см³ ледяной уксусной кислоты и 500 см³ воды при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают и доводят объем раствора водой до метки. 10 см³ этого раствора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 3,5 см³ 0,1 М раствора ацетата натрия и доводят объем раствора водой до метки. Концентрация приготовленного раствора — 0,0006 %. 2. Измерение оптической плотности Подготовка прибора и ход выполнения измерений описаны в теоретической части по спектрофотометрии. Кюветы кварцевые с толщиной слоя $l = 1,0$ см. Фотометрирование раствора проводят при $\lambda = 267$ нм относительно раствора сравнения, содержащего все компоненты (по п. 1), кроме рибофлавина. 3. Вычисления Содержание рибофлавина в процентах (С, %) вычисляют по формуле где A — оптическая плотность испытуемого раствора; $m_{\text{нав}}$ — масса действующего вещества в навеске, г; — удельный показатель поглощения чистого рибофлавина при длине волны 267 нм, равный 850. 23 Рассчитывают параметры отклонений (ДИО) в массе рибофлавина (приказ МЗ РФ № 305 от 16.10.97 г., см. прил. 3). В выводах делают заключение о качестве приготовления раствора лекарственного препарата. Опыт 2. Количественное определение содержания левомецетина методом сравнения со стандартом Сущность метода определения. Метод основан на спектрофотометрическом определении левомецетина, обладающего максимумом поглощения в УФ-области при $\lambda = 278$ нм (согласно ФС 42-0250-07 ГФ РФ XII, см. прил. 2). Объект анализа — таблетки левомецетина, 0,5 г. Левомецетин (D-(-)-трео-1-п-нитрофенил-2-дихлорацетиламинопропандиол-1,3) — синтетическое лекарственное вещество группы

антибиотиков, эффективный в отношении широкого спектра грамположительных и грамотрицательных микроорганизмов: $O_2NCH_2CH_2OHCH_2OHCH_2OHCH_2OH$ Реактивы: • натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, «х.ч.» и раствор NaOH концентрации 0,1 моль/дм³ ; • вода деионизированная по ТУ-9452-001-46824383-00. Ход анализа 1. Приготовление стандартного раствора левомицетина Взвешивают полученные таблетки левомицетина, затем измельчают их в фарфоровой ступке. Рассчитывают массу навески для приготовления 50 см³ 0,05 % раствора с учетом того, что каждая таблетка содержит 0,5 г действующего вещества. Количественно навеску препарата переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ , растворяют в горячей воде (80–90 °С), доводят водой до метки и перемешивают. Затем 2 см³ этого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ , доводят 0,1 М раствором гидроксида натрия до метки, перемешивают. Концентрация приготовленного стандартного раствора левомицетина 0,002 %.

2. Измерение оптической плотности стандартного и анализируемого растворов Подготовка прибора и ход выполнения измерений описаны в теоретической части по спектрофотометрии. Используют кюветы кварцевые с толщиной слоя $\ell = 1,0$ см. Измеряют оптическую плотность стандартного раствора левомицетина при длине волны 278 нм относительно раствора сравнения, которым является 0,1 М раствор щелочи. Полученный анализируемый раствор также доводят до метки 0,1 М раствором NaOH и фотометрируют. Измерения повторяют по 3 раза для стандартного и анализируемого растворов.

3. Вычисление результатов Концентрацию левомицетина в анализируемом растворе (C_x , %) вычисляют по формуле где $C_{ст}$ — концентрация стандартного раствора, %; $A_{ст}$ — его оптическая плотность; A_x — оптическая плотность анализируемого раствора. Рассчитывают среднее значение C_x по трем измерениям и параметры отклонений (ДИО) в массе левомицетина (приказ МЗ РФ № 305 от 16.10.97 г., см. прил. 3). В выводах делают заключение о содержании лекарственного препарата в растворе.

Опыт 3. Количественное определение содержания фурацилина методом градуировочного графика Сущность метода определения Метод основан на образовании окрашенного соединения фурацилина с водным раствором щелочи (цвет оранжево-красный) 25 и последующем фотометрировании раствора данного соединения при $\lambda = 450$ нм (согласно ФС 295 ГФ Х). Объект анализа — таблетки фурацилина, 0,02 г. Фурацилин (5-нитрофурфурола семикарбазон) — противомикробное средство, обладающее выраженной антибактериальной активностью в отношении широкого спектра грамположительных и грамотрицательных микроорганизмов (стафилококки, стрептококки, дифтерийная и кишечная палочки и т. д.): $O_2NOH_2C_4H_3N_2$

Реактивы: • вода деионизированная по ТУ-9452-001-46824383-00. Ход анализа 1. Приготовление рабочего раствора фурацилина Взвешивают полученные таблетки фурацилина, затем измельчают их в фарфоровой ступке. Рассчитывают массу навески для приготовления 50 см³ 0,02 % раствора фурацилина с учетом того, что каждая таблетка содержит 0,02 г действующего вещества. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ , добавляют 30 см³ воды и выдерживают на водяной бане при 70–80 °С до полного растворения препарата. Охлажденный рабочий раствор доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

2. Приготовление стандартных растворов фурацилина для построения градуировочного графика В четыре мерные колбы вместимостью 50,0 см³ добавляют соответственно 0,25; 0,50; 1,00 и 1,50 см³ 0,02 % рабочего раствора фурацилина, приготовленного по п. 1. Затем в каждую колбу прибавляют 5 см³ 0,1 М раствора NaOH и доводят водой до метки, получив стандартные растворы с содержанием соответственно 0,0001 %, 0,0002 %, 0,0004 % и 0,0006 % фурацилина. Растворы выдерживают 20 мин. для установления устойчивой окраски и фотометрируют.

26 3. Измерение оптической плотности Подготовка прибора и ход выполнения измерений описаны в теоретической части по спектрофотометрии. Измерения оптической плотности проводят при длине волны 450 нм. Кюветы стеклянные с толщиной слоя $\ell = 1,0$ см. Измеряют оптические плотности стандартных растворов для построения градуировочного графика относительно раствора сравнения, который готовят аналогично стандартным растворам, но без добавления рабочего раствора фурацилина. К анализируемому раствору также добавляют 5 см³ 0,1 М раствора NaOH, доводят водой до метки и выдерживают 20 мин., после чего проводят его фотометрирование. Полученные данные заносят в табл. 3. Таблица 3 Результаты измерения оптической плотности растворов фурацилина

Концентрация раствора, С, %	Оптическая плотность, А
0,0001	0,0001
0,0002	0,0002
0,0004	0,0004
0,0006	0,0006

Анализируемый раствор 4. Построение градуировочного графика и вычисление результатов Строят градуировочный график зависимости оптической плотности от концентрации стандартных растворов. По

градуировочному графику определяют содержание (С, %) фурацилина в анализируемом растворе. Рассчитывают параметры отклонений (ДИО) в массе фурацилина (приказ МЗ РФ № 305 от 16.10.97 г., см. прил. 3). В выводах делают заключение о содержании лекарственного препарата в растворе.

27 Опыт 4. Определение содержания свободной салициловой кислоты в препарате ацетилсалициловой кислоты

Сущность метода определения Метод основан на спектрофотометрическом определении салициловой кислоты в виде окрашенного соединения с железоаммонийными квасцами, обладающего максимумом поглощения в видимой области при $\lambda = 520$ нм (согласно ФС 42-0220-07 ГФ РФ XII, см. прил. 2).

Объект анализа: таблетки аспирина, 0,5 г Ацетилсалициловая кислота (кислота 2-ацетокси-бензойная) — лекарственное средство, оказывающее анальгезирующее (обезболивающее), жаропонижающее, противовоспалительное и антиагрегационное действие: $\text{OONOSN}_3 \text{O}$ Содержит не менее 99,5 % основного компонента $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$ в пересчете на сухое вещество. В процессе хранения под действием внешних факторов (температура, влажность, солнечное излучение) происходит деструкция основного вещества препарата. Примером деструкции является гидролиз ацетилсалициловой кислоты до салициловой кислоты: $++ \text{OONONOONOSN}_3 \text{OSN}_3\text{COONNON}$

28 Реактивы: • спирт этиловый 96 % ректифицированный по ГОСТ 51652-2000; • квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205-77 и раствор $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ концентрации 0,2 %; • салициловая кислота по ГОСТ 624-70; • вода деионизированная по ТУ-9452-001-46824383-00.

Ход анализа

1. Приготовление испытуемого раствора Взвешивают таблетки аспирина, затем измельчают их в фарфоровой ступке. Берут навеску растертого препарата с учетом того, что каждая таблетка содержит 0,5 г действующего вещества и чтобы масса действующего вещества в навеске составила 0,3 г. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, растворяют в 10 см³ спирта 96 %, прибавляют 1 см³ 0,2 % раствора квасцов железоаммонийных, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

2. Приготовление стандартного раствора 0,06 г салициловой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в спирте 96 %, доводят объем раствора спиртом 96 % до метки и перемешивают. К 1 см³ полученного раствора прибавляют 39 см³ спирта 96 %, 4 см³ 0,2 % раствора железоаммонийных квасцов и количественно разбавляют водой до 100 см³. Используют свежеприготовленные растворы по пп. 1–2.

3. Измерение оптической плотности Подготовка прибора и ход выполнения измерений описаны в теоретической части по спектрофотометрии. Кюветы стеклянные с толщиной слоя $l = 1,0$ см. Измеряют оптические плотности испытуемого и стандартного растворов при длине волны 520 нм. Содержание свободной салициловой кислоты в субстанции (Сх, %) вычисляют по формуле 29 где A_x — оптическая плотность испытуемого раствора; $A_{ст}$ — оптическая плотность стандартного раствора; m_x — навеска субстанции (масса действующего вещества в препарате), г; $m_{ст}$ — навеска стандартного образца салициловой кислоты, г. Содержание свободной салициловой кислоты должно быть не более 0,05 %.

Порядок выполнения лабораторной работы № 3 «Спектрофотометрическое определение содержания левомецетина в водном растворе»

Цель работы: экспериментальное изучение прямого фотометрического количественного определения вещества в растворе методами градуировочного графика и стандартного раствора (сравнения). - получить у лаборанта необходимое оборудование, посуду и реактивы; - подготовить к работе спектрофотометр согласно инструкции; - в мерных колбах объемом 50,00 мл приготовить 5 стандартных растворов с содержанием левомецетина 0,30; 0,60; 0,90; 1,20 и 1,50 мг для чего: рассчитать объемы исходного раствора левомецетина ($S_{исх} = 0,30$ мг/мл), необходимые для приготовления стандартных растворов; поместить с помощью градуированной пипетки рассчитанные объемы исходного раствора левомецетина в мерные колбы, довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать; - рассчитать массовую (мг/мл) и молярную (моль/л) концентрации левомецетина в приготовленных стандартных растворах; - рассчитанные величины записать в табл.2; - для стандартного раствора с содержанием левомецетина 0,90 мг на спектрофотометре измерить оптическую плотность А относительно воды (в рабочей кювете раствор левомецетина, в кювете сравнения дистиллированная вода) в интервале длин волн $220 \div 350$ нм через каждые 10 нанометров и полученные данные записать в табл.1: Таблица 1 Оптическая плотность раствора левомецетина при разных длинах волн $\lambda, \text{нм}$ 220 230 240 250 260 270 280 290 300 310 320 330 340 350 А - используя данные табл.1

построить электронный спектр поглощения левомецетина на миллиметровой бумаге или в компьютерном варианте в координатах $A \div \lambda$ и выбрать аналитическую длину волны λ_{max} ; - при выбранной длине волны λ_{max} измерить оптическую плотность всех пяти стандартных растворов левомецетина относительно воды и полученные результаты записать в табл.2: Таблица 2 Экспериментальные данные для построения градуировочного графика и расчетов по методу стандартного раствора (сравнения) Концентрация левомецетина в стандартном растворе, C № стандартного раствора левомецетина Объем исходного раствора левомецетина V , мл Масса левомецетина в стандартном растворе m , мг мг/мл моль/л Оптическая плотность стандартного раствора A Концентрация левомецетина в задаче по методу сравнения C_i , мг/мл 1 2 3 4 5 Задача $C =$ - по данным табл.2 на миллиметровой бумаге построить градуировочный график в координатах $A \div C$ и $A \div m$; - из графика, построенного в координатах $A \div C$, рассчитать массовый и молярный коэффициент поглощения левомецетина; - в мерную колбу объемом 50,00 мл получить у лаборанта анализируемый раствор левомецетина, довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать (задача); - измерить оптическую плотность полученного раствора (задачи) при аналитической длине волны λ_{max} (среднее значение из трёх измерений) относительно воды и по градуировочному графику, построенному в координатах $A \div m$, определить массу левомецетина в задаче m_1 (мг); CO2NCCOHNHNHCH2OHNCHCl2 O - рассчитать концентрацию левомецетина (мг/мл) в мерной колбе с задачей по методу сравнения, используя в качестве раствора сравнения каждый из пяти стандартных растворов левомецетина, и полученные данные записать в табл.2; - провести статистическую обработку полученных по методу сравнения значений концентрации левомецетина с указанием границ доверительного интервала определяемой величины $C = (C \pm \Delta C)$ ($P = 0,95$) и относительной погрешности среднего результата (см. файл «Фотометрия 1»); - рассчитать массу левомецетина в задаче (m_2 , мг) по полученному среднему значению концентрации C ; - ввести в компьютер полученные данные в соответствии с инструкцией по заполнению файла для оценки случайной и систематической погрешности и распечатать файл; - рассчитать по уравнению прямой на распечатке файла массу левомецетина в задаче (m_3 , мг); - рассчитать массу левомецетина в анализируемой задаче как среднее арифметическое m из полученных значений и оценить сходимость результатов определения в %: $(\%) 100 \cdot \frac{\Delta}{m}$ - полученное значение массы левомецетина в анализируемой задаче m подписать у преподавателя и проверить у лаборанта. Левомецетин – лекарственное вещество группы антибиотиков, бесцветный раствор которого поглощает электромагнитное излучение УФ диапазона ($\pi \rightarrow \pi^*$ переход бензольного кольца): $M = 322,9$ г/моль

Оптические детекторы

Наиболее распространенным способом детектирования в проточных методах анализа является фотометрия.

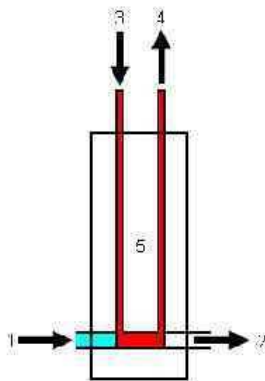


Схема фотометрического детектирования: 1 – источник света; 2 – фотоприемник; 3, 4 – ввод и выход раствора; 5 – проточная кювета.

определение марганца в концентрированном растворе методом дифференциальной фотометрии»

Цель работы: экспериментальное изучение количественного определения вещества в концентрированном растворе методом градуировочного графика в дифференциальной фотометрии. - получить у лаборанта необходимое оборудование, посуду и реактивы; - подготовить к работе фотоэлектроколориметр согласно инструкции; - в мерных колбах объемом 50,00 мл приготовить 6 стандартных растворов с содержанием марганца 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 мг для чего: рассчитать объемы исходного раствора перманганата калия с содержанием марганца 0,50 мг/мл, необходимые для приготовления стандартных растворов; поместить с помощью бюретки рассчитанные объемы исходного раствора перманганата калия в мерные колбы, довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать; - рассчитать массовую концентрацию марганца (мг/мл) в приготовленных стандартных растворах; - все рассчитанные величины записать в табл.2; - для стандартного раствора, указанного преподавателем, на фотоэлектроколориметре измерить оптическую плотность A относительно воды (в рабочей кювете раствор перманганата калия, в кювете сравнения дистиллированная вода) в интервале длин волн $400 \div 600$ нм через каждые 20 нанометров и полученные данные записать в табл.1: Таблица 1 Оптическая плотность раствора перманганата калия при разных длинах волн λ , нм 400 420 440 460 480 500 520 540 560 580 600 A - используя данные табл.1 построить электронный спектр поглощения перманганата калия на миллиметровой бумаге или в компьютерном варианте в координатах $A \div \lambda$ и выбрать аналитическую длину волны λ_{max} ; - при выбранной длине волны λ_{max} измерить оптическую плотность всех шести стандартных растворов перманганата калия относительно указанного преподавателем стандартного раствора и полученные результаты записать в табл.2: Таблица 2 Экспериментальные данные для построения градуировочного графика (раствор сравнения №) № стандартного раствора $KMnO_4$ Объем исходного раствора $KMnO_4$, V , мл Масса марганца в стандартном растворе m , мг Концентрация марганца в стандартном растворе C , мг/мл Относительная оптическая плотность стандартного раствора $A_{отн}$ 1 2 3 4 5 6 Задача - по данным табл.2 на миллиметровой бумаге построить градуировочный график в координатах $A \div m$; - в мерную колбу объемом 50,00 мл получить у лаборанта анализируемый раствор перманганата калия, довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать (задача); - измерить оптическую плотность полученного раствора (задачи) при аналитической длине волны λ_{max} (среднее значение из трёх измерений) относительно указанного раствора сравнения и по градуировочному графику определить массу марганца в задаче m_1 (мг); - построить градуировочный график в электронном виде и распечатать его; $MnOKOO$

Лабораторная работа 5 АТОМНЫЙ ЭМИССИОННЫЙ КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

1. Качественный спектральный анализ. Задачей качественного спектрального анализа является обнаружение элементов, входящих в пробу. При полном анализе необходимо проверить присутствие возможно большего числа элементов. Для повышения качества анализа необходимо учитывать свойства пробы и составляющих ее компонентов, характер их поступления в зону разряда, свойства источников света, свойства спектральных линий. Для характеристики возможностей качественного спектрального анализа принято понятие абсолютной чувствительности анализа – наименьшее количества вещества данного элемента, находящегося в пробе, дающего слабые, но четкие линии спектра. Это количество вещества может быть дано в весовых единицах или в процентах к весу пробы. Приблизительные пределы чувствительности лежат в области $10^{-5} - 10^{-4} \%$. Для различных элементов она различна и зависит от выбора методов проведения анализа. Интенсивность линии в спектре дается формулой: $kTEAh\nu\epsilon p_{gg}I_N(x) \text{iiiiii} = 0 \ 0 \ 1$. С точки зрения чувствительности анализа в этой формуле существенными являются: N_0 – концентрация атомов данного элемента в зоне разряда; T – температура плазмы; x – степень ионизации этих атомов; E_i – потенциал возбуждения; A_i – вероятность спонтанного излучения атома; g_i^0, g_i – статистический вес невозбужденного и возбужденного состояния. Величина N_0 зависит от скорости поступления вещества в разряд. Скорость зависит от температуры разряда, в

некоторых случаях N_0 можно повысить предварительной обработкой образца. Серьезным затруднением при проведении качественного анализа является наложение спектральных линий различных элементов. В этом случае приходится переходить к линиям не самым интенсивным, поэтому в таблицах спектральных линий указываются несколько последних линий. При идентификации линий пользуются атласами спектральных линий железа с указанием последних линий различных элементов.

2. Эмиссионный количественный спектральный анализ. Задачей количественного спектрального анализа является точное определение концентрации примеси в образце по измерению относительной интенсивности линий аналитической пары. Это определение производится по 5 заранее найденной эмпирической зависимости относительной интенсивности линии от концентрации примеси. Эта зависимость делается с использованием эталонов, в которых точно известно содержание примеси. На основе известных формул для интенсивности линий примеси в отсутствии самопоглощения

$$I_{\lambda} = k_{TEIN} x_1 \exp \left(-\frac{A_{\lambda}}{g_0} \right) \quad (1)$$

здесь $k_i = A_{\lambda} h \nu_i / g_0$ найдём относительную интенсивность примеси R:

$$R = \frac{I_{\lambda_1}}{I_{\lambda_2}} = \frac{k_{TEIN} x_1 \exp \left(-\frac{A_{\lambda_1}}{g_0} \right)}{k_{TEIN} x_2 \exp \left(-\frac{A_{\lambda_2}}{g_0} \right)} = \frac{x_1}{x_2} \exp \left(\frac{A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1}}{g_0} \right) \quad (2)$$

где $P(C_i)$ – зависит от процессов, протекающих на электродах и определяющих выход вещества из пробы в плазму разряда (зависит от таких фактов как окисление электродов, взаимодействием элементов с атомами воздуха и др.). С учетом (2) формула (1) запишется

$$I_{\lambda} = k_{TEIN} x_1 P(C_i) \exp \left(-\frac{A_{\lambda}}{g_0} \right) \quad (3)$$

(3) Из формулы видно, что относительная интенсивность линии зависит от относительной концентрации, от полного состава пробы (третьи факторы за счет $P(C_i)$) и от температуры. Для проведения количественного анализа необходимо, чтобы относительная интенсивность аналитической пары зависела только от концентрации. Для этого необходимо выполнить следующее:

1. Провести предварительный обжиг (обыскривание). Это необходимо поскольку в начальный момент горения разряда поверхностный слой непременно изменяется по составу, что приводит к изменению относительной интенсивности линии в процессе горения. Кроме этого, в этот период времени нет равновесия между процессами поступления вещества в плазму и уходом и нее (нерегулярный выход вещества). После обжига поступление вещества в плазму становится регулярным и коэффициент $P(C_i)$ становится постоянной величиной.
2. В качестве аналитической пары подбирают так называемые гомологичные линии. Это линии, у которых относительная интенсивность линий слабо зависит от условий возбуждения, в частности от температуры разряда. Такими линиями будут линии, для которых выполняются следующие условия:
 - а) они должны иметь близкие потенциалы возбуждения E_i , чтобы экспоненциальный множитель в формуле (3) был близок к единице;
 - б) атомы элементов, линии которых входят в аналитическую пару, должны иметь близкие потенциалы ионизации, чтобы достичь одинаковой степени ионизации x . Дробь у экспоненты в этом случае близка к единице. При выполнении этих условий можно считать, что в формуле (3) все множители постоянны, и тогда

$$R = \frac{I_{\lambda_1}}{I_{\lambda_2}} = \frac{x_1}{x_2} \quad (4)$$
 В качестве линии внутреннего стандарта C_2 выбирается линия свечения основы. Для слабо легированных образцов C_2 близка к единице. В отсутствие самопоглощения линий $R = aC$ (5) При наличии самопоглощения последнюю формулу можно записать в виде: $R = aC^b$, (6), где b – является функцией концентрации и изменяется от 1 до 0,5 при увеличении концентрации. Исходя из последней зависимости, градуировочные кривые можно строить в двойном логарифмическом масштабе. Наиболее известный метод, когда прямая строится по трем эталонам. При построении градуировочных кривых используются две величины: одна непосредственно измеряется и определяет относительную интенсивность аналитической пары, другая – задана эталонами. Если вместо относительной интенсивности определяется другая, хотя и связанная с ней однозначно, необходимо для определения брать такие параметры, чтобы зависимость была линейной. Наклон градуировочной прямой имеет значение для количественной оценки скорости изменения относительной интенсивности аналитической пары при изменении концентрации примеси, т. е. для суждения о концентрационной чувствительности метода спектрального количественного анализа. Эта чувствительность определяется производной

dR/dC . Для $b = 1$ концентрационная чувствительность равна a . Она зависит от выхода вещества в зону разряда, от концентрации возбужденных частиц и от вероятности излучения. Если $b < 1$, то $bCabdCdR = 1$ величина $b < 1$ снижает концентрационную чувствительность. Таким образом, большие концентрации приводят к снижению чувствительности, особенно при значительном отклонении b от единицы. Отсюда можно сделать вывод, что зависимость $R = aC^b$ выгодно применять при малых концентрациях, когда $b \approx 1$. Метод трех эталонов. В данном методе предварительно измеряются спектры трех эталонов и спектр неизвестного образца. Для двух близких спектральных линий определяют их относительную интенсивность R . Имея в виду, что $\lg R = \lg a + b \lg C$, – уравнение прямой в координатах $\lg R$ от $\lg C$ с угловым коэффициентом $\tan \alpha = b$. В методе строится прямая зависимости $\lg R$ от $\lg C$. Аналитические кривые строятся для каждого элемента. Зная относительную интенсивность линии в образце, по зависимости определяют концентрацию примеси в нем. Данный метод определения концентрации элементов в пробе с использованием персонального компьютера можно отнести к экспресс-методам. Обычно применяется для анализа однотипных образцов.

Описание программы Программа запускается с использованием пиктограммы на рабочем столе. Назначение пиктограмм инструментальной панели. Инструментальная панель содержит ряд пиктограмм предназначенных для выполнения следующих функций: – активизации видеокамеры, установленной в камере образцов прибора, используется для обзора исследуемого объекта. , , – разрешения работы привода по осям X, Y, Z соответственно. – используется для точечного цикла регистрации спектра образца. – используется для площадного цикла регистрации спектра образца. (зелёная) – запустить лампу лазера; (красная) – прекратить работу лампы лазера; (зеленая) – открыть затвор; (красная) – закрыть затвор. – вызывает окно «Параметры лампы и Q-SW». – включить и при повторном нажатии выключить, излучение пилотного лазера. – включить и при повторном нажатии выключить подсветку камеры образцов и локальную подсветку поверхности образца. Яркость 8 подсветки поверхности образца может регулироваться перемещением ползунка в окошке, которое появляется после включения подсветки в нижнем правом углу главного рабочего окна программы. В процессе выполнения работы необходимо выполнить следующее. Задание 1. Регистрация спектров исследуемых материалов. В общем случае процесс регистрации спектра состоит из следующих этапов: – подготовки оборудования к процессу регистрации спектра; – настройки параметров оборудования для регистрации спектра; – выбора устройства регистрации; – установки объекта и выхода в зону контроля; – подготовки лазера к излучению; – выбора метода регистрации и непосредственно регистрации спектра. Подготовка оборудования к процессу регистрации спектра. Включить компьютер и спектрометр. Вызвать на выполнение программу «LaesSpectrometer» из меню «Пуск», или путем двойного клика на пиктограмме рабочего стола. После загрузки программы начинается позиционирование подвижек держателя образца, на экране появляется информационное окно, которое пропадает после завершения подготовительных операций. Настройка параметров оборудования для регистрации спектра может производиться разными способами, в зависимости от предполагаемых дальнейших действий. Если планируется производить контроль образца на базе ранее созданной методики, вызвать подпункт «Выбор методики контроля» из головного меню «Спектр» Из выбранной методики контроля считываются параметры, при которых создавалась методика контроля, и заносятся в оборудование для использования. Если планируется производить анализ состава материала без использования ранее созданной методики контроля, то следует уточнить условия, при которых будет производиться регистрация спектра. Для Рис. 1 9 установки параметров возбуждения спектра при регистрации, необходимо нажать кнопку на инструментальной панели головного окна. Откроется окно «Параметры лампы и Q-SW», в котором следует уточнить параметры возбуждения спектра (рис. 1). Укажите требуемые параметры возбуждения спектра при регистрации: количество выстрелов лазера в точку для усреднения результатов регистрации и количество выстрелов лазера для предварительного обжига (примечание: количество регистрации спектров равно разности числа выстрелов в точке и числа выстрелов обжига); энергию накачки лампы лазера; значения задержек срабатывания затворов, задержку АЦП. Параметры задержки первого затвора могут быть от 100 до 200 мкс, значение задержки второго затвора рекомендуется рассчитывать из значения задержки первого + задержка времени жизни плазмы (от 0 до 30 мкс, подбирается экспериментально).

Значение задержки АЦП может принимать ряд значений 1, 3, 5, 7, 9. После установки параметров их следует сохранить и окно при необходимости закрыть. Для уточнения условий регистрации спектра следует вызвать подпункт «Разное» из головного меню «Калибровка» и при необходимости уточнить используемые значения. Установка объекта и выход в зону контроля. Установите объект в камеру измерения, плотно зафиксировав его держателями. Выберите на объекте область, место контроля. Для выбора области контроля следует использовать обзорную камеру. Для активизации обзорной камеры нажмите на пиктограмму. Появляется окно, видеоизображение объекта. Для перемещения объекта в нужную область контроля, активизируйте ось, в направлении которой планируете перемещение образца. Установить курсор в окно видео изображения, нажать левую клавишу мыши, перемещением мышки добиться нужного направления и скорости перемещения. Последовательно выбирая оси переместить объект в область проведения контроля по плоскости поверхности (оси X и Z). Подготовка лазера к излучению. Перед началом процесса регистрации спектров следует привести лазер в рабочее состояние. Для этого запустите лампу лазера, т. е. нажмите на пиктограмму (зелёная). Для выхода лазера в рабочий режим, возможно, потребуется какое-то время. На экран монитора выводится сообщение с бегущей строкой, которое по выходу лазера в рабочий режим пропадает. Как только лазер выйдет в рабочее состояние, станет активной пиктограмма для прекращения работы лампы (красная). 10 Разрешите работу затворов путем нажатия пиктограммы, она становится активной по выходу лазера в рабочий режим. После нажатия пиктограммы разрешения работы затворов становится активной пиктограммы запрещения работы затворов (красная). Выбор метода регистрации и непосредственно регистрация спектра. Регистрация спектра может производиться по одной точке на плоскости объекта контроля или по нескольким точкам на плоскости объекта контроля, которое получило название «контроль по площади». Для проведения цикла измерения по одной точке на плоскости объекта контроля нажмите на пиктограмму. По окончании цикла регистрации спектра сохранить спектр на диске в виде файла. Для проведения цикла измерений по площади необходимо нажать кнопку. При этом появится окно «Площадь спектрального сканирования» (рис. 2), в котором необходимо задать размеры площади сканирования, шаг сканирования и характер заполнения площади точками, в которых будут проводиться измерения. Задание 2. Проведение качественного анализа образцов. Рис. 2 11 Вывести спектр измеренных образцов. Появится окно исследовательского режима (рис. 3). Вкладка «Поиск пиков» имеет следующий вид окна. В этом окне проводят качественный анализ образца. Для облегчения поиска элемента в спектре в правой нижней четверти окна показаны обозначения химических элементов. При нажатии соответствующего элемента в окне спектра появятся тонкие линии атомного спектра данного химического элемента. Если данная линия спектра принадлежит элементу, её необходимо пометить и подписать, выбрав из списка. Вкладка «Количественный анализ» предназначена для анализа полученного спектра образца с использованием ранее созданной методики количественного или качественного контроля. Кроме того, вкладка «Количественный анализ», может быть использована в исследовательских целях изучения состава образца. Вкладка «Поиск пиков» предназначена для исследования полученного спектра на предмет присутствия интересующего элемента в составе исследуемого материала, создания методик контроля и качественного анализа без ранее созданной методики. В верхней части закладки «Поиск пиков» находятся пиктограммы, назначение которых следующее: – включает режим индикации выбранного пика вертикальной линией, индицирующей значение длины волны центральной части выбранного пика. Рис. 3 12 – включает режим индикации пика с одновременным отображением синей и красной линий границ, принадлежащих выбранному пику. – включает и выключает режим дополнительной обработки спектра – удаление подсветки непрерывного свечения плазмы и молекулярных линий. – запускает функцию удаления всех ранее указанных пиков. – запускает режим выделения пика. Для выделения необходимо курсор мыши подвести к линии на ранее указанном пике и нажать левую клавишу мыши (изменится цвет линии). Используется для корректировки положения линии на пике. – используется для добавления нового пика. После нажатия на данную кнопку, в области отображения спектра, появляется вертикальная линия, которая используется для указания центра пика. Линия перемещается с помощью курсора мышки. В это время курсор принимает форму креста. Положение вертикальной линии черного цвета, определяет

значение длины волны пика в центре. Положение линии зеленого цвета, определяет значение длины волны левого фронта пика. Положение линии синего цвета, определяет значение длины волны правого фронта пика. По этим Рис. 4 13 данным вычисляется максимальная интенсивность «Пики», для дальнейшей идентификации пика. – запускает функцию удаления выбранного пика. – сохранить положение указанных пиков, т. е. создать методику для качественного анализа. По включении этого режима появляется окно «Сохранение методики», в котором рекомендуется заполнять пустые графы (рис. 4). – включает навигатор спектров. Активный спектр обозначен серой фоновой полосой. Видимость спектра определяется наличием галочки напротив пути и имени файла, содержащего данный спектр, цвет квадратика определяет цвет линии спектра на графике (его можно изменить, подведя курсор мыши к нему, нажать левую клавишу мыши и затем выбрать необходимый цвет из палитры). Пиктограмма в верхней части окна позволяет удалить активный файл, а – выполнить экспорт активного спектра в текстовый формат с сохранением в файле. Задание 3. Создать методики исследования. Исследовательский режим предназначен для создания методик контроля, исследования (изучения) полученного спектра, качественного и количественного анализа состава материала. Исследовательский режим вызывается из пункта головного меню выбрать один или несколько файлов, содержащие ранее сохраненные спектры. После открытия файлов появится окно исследовательского режима, отображающее выбранные спектры. В зависимости от выбранной вкладки «Поиск пиков» или «Количественный анализ» назначение программы несколько меняется. В окне исследовательского режима отображаются спектры выбранных файлов. Ось «Y» отображает интенсивность спектра, ось «X» градуирована по длине волны устройства регистрации. Ниже основного графика спектров, отображается активный спектр в уменьшенном виде. Для указания необходимого фрагмента спектра для отображения, поместить курсор в область основного графика спектров, нажать и отпустить левую кнопку мышки. Вращая колесо мышки, изменить размер фрагмента. Для перемещения выбранного фрагмента по оси «X» необходимо нажать левую кнопку мышки в области выделенного фрагмента и переместить ее в требуемое место. Для масштабирования спектра по оси «Y» необходимо нажать левую кнопку мышки в области цифровых значений интенсивности и, перемещая курсор, добиться требуемого размера спектра по интенсивности. Исследовательский режим «Поиск пиков» Вкладка «Поиск пиков» предназначена для исследования полученного спектра на предмет присутствия интересующего элемента в составе 14 исследуемого материала, создания методик контроля и качественного анализа без ранее созданной методики. Для идентификации спектральных линий необходимо нажать кнопку и подвести курсором мышки (в это время курсор принимает форму креста) появившуюся вертикальную черную линию в окне спектров к спектральной линии, известного элемента. Нажатие на левую клавишу мышки закрепляет данный пик за этой линией. Далее следует выполнить идентификацию выбранного пика. Для этого нужно выполнить двойной клик в соответствующей строке из списка таблицы калибровочных точек. Откроется окно для уточнения значения реальной длины волны выбранного пика. Также можно запустить функцию назначения элемента выделенному пику по кнопке . По включению этого режима появляется окно, в котором можно выбрать из списка всех возможных предлагаемых вариантов нужное, а именно наименование элемента и его реальную длину волны. После выбора искомого элемента – нажать кнопку «Выбрать». После этого необходимо сохранить положение указанных пиков, т. е. создать методику для качественного анализа. Для этого необходимо нажать значок «Сохранить». Появляется окно «Сохранение методики», в котором рекомендуется заполнить пустые графы и по необходимости откорректировать заполненные. Далее нажать «Записать». Для проведения качественного и количественного анализа исследуемого материала, создается методика контроля, суть которой в том, что заранее определяется перечень контролируемых элементов, входящих в состав материала. Методики количественного анализа создаются на основе набора стандартных образцов для конкретного типа сплава. Для построения методики качественного анализа состава материала необходимо получить спектр исследуемого материала методом, описанным ранее в пункте «Регистрация спектра», далее согласно выполнению пунктов «Исследовательский режим» (вкладка «Поиск пиков») создать методику и сохранить ее для дальнейшего использования. Построение методики качественного анализа – это один из этапов построения методики количественного анализа.

Для построения методики количественного анализа необходимо войти в пункт главного меню «Калибровка», подпункт «Комплекты стандартных образцов». Откроется окно «Методика количественного анализа» (смотри рис. 5). Для вновь создаваемой методики разделы «Образцы» и «Концентрация» будут не заполнены. Данные разделы необходимо заполнить из приложенного свидетельства на стандартные образцы. Ввести наименование образца (номер) из свидетельства. Привязать к нему ранее полученные спектры образца путем нажатия кнопки «Добавить файл». Затем заполнить раздел «Концентрация элементов». Повторить выше описанные 15 действия для всех присутствующих образцов из данного набора конкретного элемента. Для построения зависимости концентрации от указанного значения нужно произвести двойное нажатие левой кнопки мышки на выбранный элемент. Откроется окно для построения зависимости. Расчет может производиться по интенсивности, площади, отношению интенсивностей, отношению площадей. При построении зависимости по отношению необходимо указать дополнительный пик во взаимоотношении, с которым будет строиться зависимость. Зависимость, которая, на ваш взгляд, оптимальна для расчета, можно пометить галочкой «Лучший». На этом построение методики для количественного анализа материала считается законченным. Для проверки корректности построения зависимости можно произвести контрольный расчет концентрации, используя построенную зависимость. Для этого нужно закрыть окно «График интенсивности от концентрации», затем, в окне «Методика количественного анализа», указать образец в разделе «Образцы». Далее выбрать файл для просмотра в разделе «Спектры» и Рис. 5 16 нажать «Просмотр» выбранного файла. Для анализа группы файлов можно нажать кнопку «Просмотр всех». В результате откроется окно «Исследовательский режим» вкладка «Количественный анализ», в котором будут отображены результаты расчета концентрации с использованием созданной методики контроля. Для построения зависимости концентрации от указанного значения произведите двойное нажатие левой кнопки мышки на выбранный элемент. Откроется окно для построения зависимости. Редактирование базы методик Для удобства работы разработчика методик в программном обеспечении предусмотрена возможность редактирования ранее созданных методик путем повторного входа в режим «Создание методики контроля материала» и в нем производить требуемые изменения в методике. Кроме того, при выборе в «Исследовательский режим» вкладка «Количественный анализ» при нажатии правой кнопки мышки в области списка методик появится следующее окно выбора. Во всплывающем окне (рис. 6), предлагается начать редактировать выбранную методику, или на ее базе создать новую методику. При выборе строки «Редактировать методику» предоставляется возможность корректировать положение и параметры ранее выбранных пиков добавление новых, удаление не нужных. При сохранении методики пользователю предлагается уточнить путем указания в поле «Создание новой методики» заменять ли методику на отредактированную или же записать откорректированную методику как новую, тогда рекомендуем присвоить новое имя наименованию методики. Выбор строки «Создание на базе методики» предназначен для случаев, когда пользователь, создавая новую методику, надеется сохранить положение и параметры пиков из базовой методики, но создать ее для совершенно другой группы сплавов, образцов. Рис. 6 17

Порядок выполнения работы 1. Включить спектрофотометр, повернув ключ на 90° по часовой стрелке. Загрузить программу, используя пиктограмму . Выждать несколько минут. 2. Разместить эталонный образец в держателе. Запустить лампу лазера; (зеленая), открыть затвор - (зеленая). Через пиктограмму на инструментальной панели главного окна задать параметры возбуждения спектра (энергию лампы, число выстрелов в точку, значения задержек срабатывания затворов, задержку АЦП – подбираются экспериментально). 3. Выбрать исследование по площади (меандр) по 9 или 16 точкам. Провести измерение спектров всех эталонных образцов (Задание 1). 4. По спектру провести качественный анализ образцов, выделить аналитические пары заданных химических элементов (Задание 2). 5. Создать методику проведения количественного анализа по измеренным эталонным образцам. Выбрать лучший график зависимости интенсивности от концентрации для каждого элемента, указанного в эталонных образцах (Задание 3). 6. По результатам работы подготовить отчет, в котором необходимо представить: 1) спектры образцов с указанием аналитических пар линий определяемых элементов; 2) для каждого определяемого элемента представить аналитические кривые. Графики получают путем копирования экрана и переноса копии в виде рисунка в отчет.

Литература 1. Кустанович И. М. Спектральный анализ / И. М. Кустанович – М. :Высш. шк. 1972. – 352 с. 2. Бураков В. С. Практическое руководство по спектральному анализу / В. С. Бураков, А. А. Янковский – Минск : Из-во. Акад. Наук.

Абсорбционные оптические методы анализа

Спектрофотометрия



Схема спектрофотометра

Абсорбционные оптические методы анализа

Атомно-абсорбционный анализ Спектрофотометрия пламени

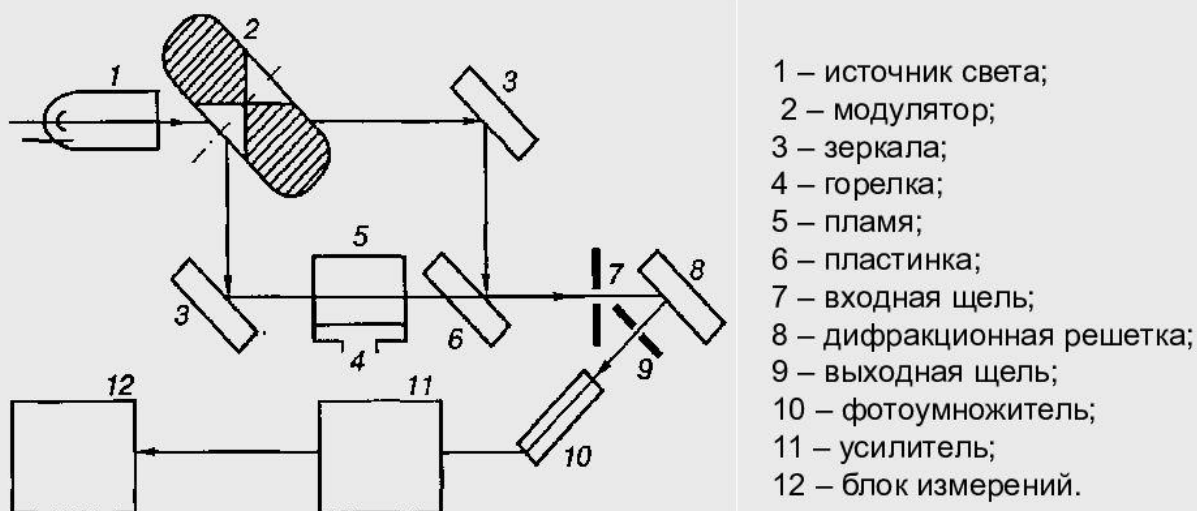


Схема атомно-абсорбционного спектрофотометра.

5. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

5.1. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины

Основная литература

Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля)

а) основная литература:

1. Основы аналитической химии. В 2-х кн. Общие вопросы. Методы разделения. Методы химического анализа. Учебник для вузов. Под ред. Ю.А. Золотова. Изд. 3-е. М.: Высшая школа. 2014.

2.. Кельнер Р. и др. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Кн.2 Изд. Мир. 2008г. 728 с.

3. Основы аналитической химии. /Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Академия. 2010. Т. I-II.

Интернет-ресурсы:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х книгах. Книга 1. 4-е изд. стер. Кн. 1. М.: "Дрофа". 2004.

www.biblioclub.ru/53423_Analiticheskaya_khimiya_kniga_1.html

2. Лебухов, В. И. Физико-химические методы исследования: учебное пособие / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова. — СПб. : Лань, 2012. — 480 с. — (Учебники для вузов. Специальная литература). — Доступ к тексту электронного издания возможен через Электронно-библиотечную систему издательства "Лань". — ISBN 978-5-8114-1320-1. — <URL: <http://e.lanbook.com/>>.

3. Основы аналитической химии. /Под ред. Ю.А. Золотова. Т. I-II/ М.: Академия. 2010. www.bashedu.bibliotech.ru/Reader/Book/8167

-база данных ScinceDirect издательства Elsevir: <http://www.sciencedirect.com>;

- научная электронная библиотека e-LIBRARY.RU: <http://elibrary.ru>

4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х книгах. Книга 1. 4-е изд. стер. Кн. 1. М.: "Дрофа". 2004.

www.biblioclub.ru/53423_Analiticheskaya_khimiya_kniga_1.html

5. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х книгах. Книга 2. 4-е изд. стер. Кн. 1. М.: "Дрофа". 2004.

www.biblioclub.ru/53422_Analiticheskaya_khimiya_kniga_2.html

6. Основы аналитической химии. /Под ред. Ю.А. Золотова. Т. I-II/ М.: Академия. 2010. www.bashedu.bibliotech.ru/Reader/Book/8167

7. Васильев В.П., Морозова Р.П., Кочернин Л.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум. М.: Дрофа, 2009. www.bashedu.bibliotech.ru/Reader/Book/53421

8. Гайнуллина Ю.Ю. Зильберг Р.А. Учебное пособие, г.Уфа, РИЦ БашГУ, 2017. https://elib.bashedu.ru/dl/local/Gajnullina_Zilberg_Lab_praktikum_po_analicheskoi_khimii_pr_2017.pdf

9. Гайнуллина Ю.Ю. Масс-спектрометрический метод анализа. https://elib.bashedu.ru/dl/local/Shirjaeva_idr_Mass-spektrometricheskij_metod_up_2018.pdf

б) дополнительная литература:

1. Дёрффель К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994.

2. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. Л.: Химия, 1984.

3. МИ 2336-95 ГСИ Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания.

4. ГОСТ Р ИСО 5725-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. М.: Госстандарт России.

в) учебно-методический комплекс кафедры аналитической химии и изданные в РИЗО БашГУ:

1. Методические указания по математической обработке результатов анализа, 2008

5.2. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» и программного обеспечения, необходимых для освоения дисциплины

«Интернет», необходимой для освоения дисциплины (модуля) Библиотека ФГБОУ ВПО «Башкирский государственный университет» предлагает магистрам следующие Интернет-ресурсы:

- Базы данных российских библиотек;
- Базы данных зарубежных библиотек;
- Полнотекстовые базы данных;
- Электронные варианты авторефератов и диссертаций;
- Коллекции электронных дисков;
- Научные поисковые системы;
- Программное обеспечение.

База данных ScinceDirect издательства Elsevir: <http://www.sciencedirect.com>;

Научная электронная библиотека e-LIBRARY.RU: <http://elibrary.ru> .

Информационное обеспечение:

Договор на БД периодических изданий между БашГУ и «ИВИС» № 96-П1414 от 26.06.2014

Договор на БД диссертаций между БашГУ и РГБ № 09504-0361 от 20.10.2014

Договор на зарубежные БД между БашГУ и НЭИКОН № 193 от 16.10.2014

Договор на приобретение ПО ЭБС ЭБ БашГУ между БашГУ и ООО «Открытые библиотечные системы» №095

Договор на ЭБС между БашГУ и «Нексмедиа» № 132-0614 от 07.07.2014

Договор на ЭБС между БашГУ и издательством «Лань» № 1417 от 04.07.2014

Договор на БД диссертаций между БашГУ и РГБ № 09504-0496 от 19.10.2015

Договор на ЭБС между БашГУ и «Нексмедиа» № 587 от 29.07.2015

Договор на ЭБС между БашГУ и издательством «Лань» № 586 от 29.07.2015

Договор на БД периодических изданий между БашГУ и «ИВИС» № 85-П от 10.06.2016

Договор на БД Institute of Electrical and Electronic Engeenirs между БашГУ и ГПНТБ № IEEE6 от 01.12.2016

Договор на БД AnnualReviews между БашГУ и ГПНТБ России № AR6 от 09.01.2017

Договор на БД APSOnlineJournals между БашГУ и ГПНТБ России № APS6 от 01.12.2016

Договор на БД CASC между БашГУ и ГПНТБ России № CASC6 от 09.01.2017

Договор на БД ProQuest между БашГУ и ГПНТБ России № ProQuest6 от 01.04.2017

Договор на БД QuestelOrbit между БашГУ и ГПНТБ России № Questel 6 от 09.01.2017

Договор на БД Taylor&Francis между БашГУ и ГПНТБ России № T&F6 от 01.04.2017

Договор на БД Taylor&Francis между БашГУ и ГПНТБ России № T&F6 от 09.01.2017

Договор на БД WebofScience между БашГУ и ГПНТБ России № WoS43 от 01.04.2017

Договор на БД WileyJournals между БашГУ и ГПНТБ России № Wiley 6 от 01.12.2016

Договор на БД диссертаций между БашГУ и РГБ № 1067095040368 от 25.11.2016

Договор на ЭБС между БашГУ и «Нексмедиа» № 690 от 26.07.2016

Договор на ЭБС между БашГУ и издательством «Лань» № 691 от 01.08.2016

Договор на БД периодических изданий между БашГУ и «ИВИС» № 136-П от 03.07.2017

Договор на БД AnnualReviews между БашГУ и ГПНТБ России № AR6 от 09.01.2018

Договор на БД CASC между БашГУ и ГПНТБ России № CASC6 от 09.01.2018

Договор на БД ProQuest между БашГУ и ГПНТБ России № ProQuest6 от 09.01.2018

Договор на БД QuestelOrbit между БашГУ и ГПНТБ России № Questel 6 от 09.01.2018

Договор на БД SCOPUS между БашГУ и ГПНТБ России № SCOPUS6 от 08.08.2017

Договор на БД SCOPUS между БашГУ и ГПНТБ России № SCOPUS39 от 09.01.2018
Договор на БД SpringerNature между БашГУ и ГПНТБ России № Springer6 от 25.12.2017
Договор на БД Taylor&Francis между БашГУ и ГПНТБ России № T&F6 от 09.01.2018
Договор на БД WebofScience между БашГУ и ГПНТБ России № Wos39 от 02.04.2018
Договор на БД WileyJournals между БашГУ и ГПНТБ России № Wiley6 от 09.01.2018
Договор на БД диссертаций между БашГУ и РГБ № 095040220 от 06.12.2017
Договор на БД между БашГУ и ГПНТБ России № IEEE6 от 09.01.2018
Договор на ЭБС между БашГУ и «Нексмедиа» № 836 от 29.08.2017
Договор на ЭБС между БашГУ и издательством «Лань» № 838 от 29.08.2017
Договор на электронную периодику между БашГУ и РУНЭБ № 1256 от 03.12.2017
Соглашение на бесплатные коллекции в ЭБС между БашГУ и издательством «Лань» № 1617 от 28.08.2017
Договор на БД APSOnlineJournals между БашГУ и ГПНТБ России № APS6 от 09.01.2018
Договор на БД периодических изданий между БашГУ и «ИВИС» № 133-П от 03.07.2018
Договор на ЭБС между БашГУ и «Нексмедиа» № 847 от 03.09.2018
Договор на ЭБС между БашГУ и издательством «Лань» № 848 от 03.09.2018
Договор на электронную периодику между БашГУ и РУНЭБ №SIO-2112018 от 02.10.2018
Соглашение на бесплатные коллекции ЭБС ЛАНЬ от 01.10.2018

6. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине

№ п/п	Наименование дисциплины (модуля), практик в соответствии с учебным планом	Наименование специальных* помещений и помещений для самостоятельной работы	Оснащенность специальных помещений и помещений для самостоятельной работы	Перечень лицензионного программного обеспечения. Реквизиты подтверждающего документа
	Оптические методы анализа	<p>1.учебная аудитории для проведения занятий лекционного типа: аудитория №001 (химфак корпус), №002 (химфак корпус), аудитория № 006 (химфак корпус), № 007 (химфак корпус), № 008(химфак корпус), аудитория №305 (химфак корпус), аудитория № 310 (химфак корпус), № 311 (химфак корпус), № 405 (химфак корпус).</p> <p>2.учебная аудитория для проведения занятий семинарского типа: лаборатория № 320(химфак корпус)</p> <p>3.учебная аудитория для проведения групповых и индивидуальных консультаций: аудитория №001 (химфак корпус), №002 (химфак корпус), аудитория № 006 (химфак корпус), № 007 (химфак корпус), № 008 (химфак корпус), аудитория №305 (химфак корпус), аудитория № 310 (химфак корпус), № 311 (химфак корпус)</p>	<p>Аудитория №001 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска</p> <p>Аудитория №002 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска</p> <p>Аудитория № 006 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска</p> <p>Аудитория №007 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска</p> <p>Аудитория 008 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска</p> <p>Аудитория №305 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска, мультимедиа-проектор Mitsubishi EW230ST, экран настенный ClassicNorma 244*183</p> <p>Аудитория № 310 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска, мультимедиа-проектор Mitsubishi EW230ST, экран настенный ClassicNorma 244*183</p> <p>Аудитория №311 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска, проектор Mitsubishi XD 600U, экран с электроприводом Projecta 183*240см Mattewhite</p> <p>Аудитория № 405 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска, мультимедиа-проектор Mitsubishi XD3200U, экран с электроприводом 300*400см SpectraClassic</p> <p>Лаборатория №320 Учебная мебель, Рентгенофлуоресцентный спектрометр в комплекте с оборудованием подготовки проб, Аппарат АРН-ЛАТ-03 для разгонки нефтепродуктов, Весы GR-200, Набор ареометров АОН-1, Рефрактометр PAL-2, Ноутбук ASUS</p> <p>Читальный зал №1</p>	<p>1. Windows 8 Russian. Windows Professional 8 Russian Upgrade. Договор № 104 от 17.06.2013 г. Лицензии бессрочные</p> <p>2. MicrosoftOfficeStandard 2013 Russian. Договор № 114 от 12.11.2014 г. Лицензии бессрочные</p> <p>3. KasperskyEndpointSecurity для бизнеса - Стандартный. Договор №31806820398 от 17.09.2018 г. Срок действия лицензии до 25.09.2019</p>

		<p>корпус), № 405 (химфак корпус).</p> <p>4. учебная аудитория для текущего контроля и промежуточной аттестации: №001 (химфак корпус), №002 (химфак корпус), аудитория № 006 (химфак корпус), № 007 (химфак корпус), № 008 (химфак корпус), аудитория № 405 (химфак корпус), аудитория №311(химфак корпус), аудитория № 310(химфак корпус), аудитория № 305 (химфак корпус)</p> <p>5. помещение для самостоятельной работы: читальный зал №1 (главный корпус), читальный зал № 2 (физмат корпус-учебное), читальный зал №5 (гуманитарный корпус), читальный зал №6 (учебный корпус), читальный зал №7 (гуманитарный корпус), лаборатория № 320 (химфак корпус)</p> <p>б.помещение для хранения и профилактического обслуживания учебного оборудования: лаборатория 318 (химфак корпус)</p>	<p>Научный и учебный фонд, научная периодика, ПК (моноблок) - 3 шт, Неограниченный доступ к ЭБС и БД; количество посадочных мест – 76.</p> <p>Читальный зал №2 Научный и учебный фонд, научная периодика, ПК (моноблок), подключенных к сети Интернет, – 8 шт., Неограниченный доступ к ЭБС и БД; количество посадочных мест – 50.</p> <p>Читальный зал №5 Научный и учебный фонд, научная периодика, ПК (моноблок) - 3 шт, неограниченный доступ к ЭБС и БД; количество посадочных мест – 27.</p> <p>Читальный зал №6 Научный и учебный фонд, научная периодика, ПК (моноблок) - 6 шт, неограниченный доступ к ЭБС и БД; количество посадочных мест – 30.</p> <p>Читальный зал №7 Научный и учебный фонд, научная периодика, ПК (моноблок) - 5 шт, неограниченный доступ к ЭБС и БД; количество посадочных мест – 18.</p> <p>Лаборатория № 318 Учебная мебель, МФУ M Samsung лазерный SCX-4623F, Компьютер в составе: системный блок DEPO 460MDi5-650, монитор, клавиатура, мышь, Рефрактометр, набор ариометров, 2 рН-метра АНИОН-4100, 2 рН-метра HI98103 Checker1</p>	
--	--	---	---	--

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ФГБОУ ВО «БАШКИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ФАКУЛЬТЕТ ХИМИЧЕСКИЙ

СОДЕРЖАНИЕ РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЫ

дисциплины **Оптические методы анализа**
на 2 семестре
очная

Вид работы	Объем дисциплины
Общая трудоемкость дисциплины (ЗЕТ / часов)	3 ЗЕТ / 108 часов
Учебных часов на контактную работу с преподавателем:	54,2
лекций	18
практических / семинарских	-
лабораторных	36
других (групповая, индивидуальная консультация и иные виды учебной деятельности, предусматривающие работу обучающихся с преподавателем) (ФКР)	0,2
Учебных часов на самостоятельную работу обучающихся (СР)	53,8
Учебных часов на подготовку к экзамену/зачету/дифференцированному зачету (Контроль)	

Форма контроля: зачет
2 семестр

№	Тема и содержание	Форма изучения материалов: лекции, практические занятия, семинарские занятия, лабораторные работы, самостоятельная работа и трудоемкость (в часах)				Основная и дополнительная литература, рекомендуемая студентам (номера из списка)	Задания по самостоятельной работе студентов	Форма текущего контроля успеваемости (коллоквиумы, контрольные работы, компьютерные тесты и т.п.)
		ЛК	ПР / Сем	ЛР	СР			
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Основы спектральных методов анализа. Спектр электромагнитного излучения (энергия, способы выражения; термины, символы и единицы энергии излучения; диапазоны излучения, типы энергетических переходов).	1			2	Л.1, гл. 16 Л.3	Проработать лекцию	коллоквиум
2	Спектры атомов. Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы. Правила отбора. Законы испускания и поглощения.	2		4	6	Л.1, гл.16 Л.2; Л.3	Проработать лекции; подготовиться к лабораторной работе	оформленная лабораторная работа
3	Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Представление о полной энергии молекулы как суммы электронной, колебательной и вращательной.	2		2	10	Л.1, гл.18; Л.2 § 1-4	Проработать лекции; подготовиться к лабораторной работе	оформленная лабораторная работа
4	Основные законы поглощения электромагнитного излучения	1		3	5	Л.1, Л.3	Проработать лекции; подготовиться к	оформленная лабораторная работа

	тнгоизлучения(Бугера-Ламберта-Бера) иизлучения(Ломакина-Шайбе).Связьаналитическогогосигналасконцентрациейопределяемогосоединения					Л.3, ч.І, 1.4	лабораторной работе	работа
5	Методымолекулярнойоптической(УФ,видимойиИК) спектроскопииМолекулярная бсорбционная спектроскопия(спектрофотомет-рия). Связьхимической Структурысоединениясабсорбционнымспектром.Функциональ- ныйанализпоколебательнымиэл ектроннымспектрам. Основнойзаконсветопоглощения .высоких,низкихоптическихплот ностей(дифференциальныймето д)	2	1	2	10,8	Л.1, гл. 16 §3,4 Л.2	Проработатьлекции	коллоквиум
6	Аппаратура.Способымонохро матизациилучистойэнергии. Классификацияспектральныхпри боров.Характеристикиспектраль ных приборов: дисперсия, разрешающ аяспособность, светосила. Прием никиизлучения	1		2	4	Л.1 гл17, § 1-4; Л.3 ч.ІІ 7.11	Проработать лекции; подготовиться к лабораторной работе	оформленная лабораторная работа
7	Методыатомнойоптической спектроскопии атомно-эмисионный метод. Источникиатомизацииивозбу	1		4	4	Л.1, гл. 19. § 1-3; Л.2, гл.3 § 3.1-3.3	Проработать лекции; подготовиться к лабораторной работе	оформленная лабораторная работа

	<p>ждения:электрическиеразряды (дуговые,искровые,пониженного давления),пламена,индуктивно-связаннаяплазма,лазеры.Основныехарактеристики источников атомизации:температураплазмы,составпламени,концентрацияэлектронов.Физическиеихимическиепроцессывисточниках атомизацииивозбуждения</p>							
8	<p>Атомно-абсорбционныйметод.Атомизаторы(пламенныеинепламенные).Источникиизлучения(лампыспольмкатодом,источникисплошного спектра, лазеры),иххарактеристики</p>	1		4	4	<p>Л.2, гл.4 §4.1-4.4 Л.4</p>	<p>Проработатьлекции</p>	<p>коллоквиум</p>
9	<p>Молекулярнаялюминесцентнаяспектроскопия.Общаяклассификациямолекулярнойлюминесценции.СхемаЯблонского.Флуоресценцияифосфоресценция.ЗаконСтокса-Ломмеля.ПравилозеркальнойсимметрииЛевшинаЭнергетическийиквантовыйвыход.ЗаконВавилова. Люминесцентныйкачественныйиколличественныйанализ.Приборывлюминесценции.Примерыпрактического</p>	2		3	1	<p>Л.1, гл. 16 §3,4 Л.2</p>	<p>Проработать лекции; подготовиться к лабораторной работе</p>	<p>оформленная лабораторная работа</p>

10	<p>Методы рентгеновской спектроскопии</p> <p>Виды рентгеновской спектроскопии: рентгеноэмиссионная, рентгено-абсорбционная, рентгенофлуоресцентная. Принцип рентгеноэмиссионной спектроскопии; рентгено-спектральный микроанализ (электронный зонд).</p> <p>Основы рентгенофлуоресцентной спектроскопии; особенности и значение метода (быстрый и не разрушающий многоэлементный анализ);</p> <p>Примеры использования</p>	5		12				
	Итого	18		36	65,8			

