


Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

УТВЕРЖДЕНО

решением Ученого совета института
медицины, экологии и физической культуры
от «21» июня 2021 г., протокол № 10/230



Председатель / В.И. Мидленко /
(подпись, расшифровка подписи)
21 июня 2021 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Дисциплина	ОСНОВЫ АТОМНОЙ И МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
Факультет	Экологический
Кафедра	Общей и биологической химии
Курс	4

Направление (специальность) 04.03.01 Химия

Направленность
(профиль/специализация) Химия окружающей среды,
химическая экспертиза и экологическая безопасность

Форма обучения **очная**

Дата введения в учебный процесс УлГУ: « 1 » сентября 20 21 г.

Программа актуализирована на заседании кафедры: протокол № 1 от 31.08. 2022 г.

Программа актуализирована на заседании кафедры: протокол № 1 от 30.08. 2023 г.

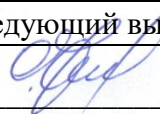
Программа актуализирована на заседании кафедры: протокол № 1 от 29.08. 2024 г.

Сведения о разработчиках:

ФИО	Кафедра	Должность, ученая степень, звание
Терёхина Наталья Викторовна	Общей и биологической химии	к.б.н., доцент


СОГЛАСОВАНО

Заведующий выпускающей кафедрой

( / Шроль О.Ю. /

Подпись ФИО

« 16 » июня 2021 г.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

1 ЦЕЛЬ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Цели освоения дисциплины:

- 1) формирование у бакалавров представления об основах атомной и молекулярной спектроскопии;
- 2) развитие знаний и умений, позволяющих практически использовать спектроскопические методы для химического анализа;
- 3) подготовка бакалавров к проведению обработки экспериментальных результатов, вычислению и представлению результатов анализа.

Задачи освоения дисциплины:

1. дать представление о современном состоянии спектроскопии атомов и молекул, ее связи с другими научными дисциплинами и тенденциях развития;
2. проанализировать основные экспериментальные закономерности и теоретические представления спектроскопии;
3. рассмотреть современные методы теоретической и прикладной спектроскопии, а также пути их развития и совершенствования.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП:

Дисциплина «Основы атомной и молекулярной спектроскопии» относится к Блоку Б1 Дисциплины (модули) вариативная часть обязательные дисциплины.

По логике построения и содержанию данная дисциплина связана с другими дисциплинами из базовой части цикла: «Аналитическая химия», «Неорганическая химия», «Органическая химия», «Физическая химия», а также с некоторыми разделами физики и математики. При обучении используются знания и навыки, полученные в соответствующих практикумах.

3. ПЕРЕЧЕНЬ ПЛАНИРУЕМЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ, СООТНЕСЕННЫХ С ПЛАНИРУЕМЫМИ РЕЗУЛЬТАТАМИ ОСВОЕНИЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЙ ПРОГРАММЫ

Изучение дисциплины «Основы атомной и молекулярной спектроскопии» в рамках освоения ОПОП 04.03.01 Химия направлено на формирование у обучающихся следующих компетенций:


- владеет базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований (ПК-2);
- способен применять основные естественно-научные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов (ПК-4).

Для успешного усвоения дисциплины студент должен:

знать: происхождение спектров поглощения, излучения и рассеяния света, основные законы спектроскопии, связи между различными видами взаимодействия света с веществом и соответствующими вариантами спектроскопических методов молекулярного или атомного (элементного) анализа, теорию различных спектроскопических методов, их функциональные свойства и возможности их применения в анализе.


уметь: самостоятельно ставить задачу исследования различных объектов с целью определения состава, структуры, их идентификации и количественного определения, самостоятельно выбрать и обосновать метод анализа, необходимый для каждой конкретной задачи, самостоятельно осваивать работу на различной спектроскопической аппаратуре.

владеть: современными спектроскопическими методами, используемыми в химическом анализе, расчетами концентраций определяемых веществ, навыками работы

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

со специальной литературой и поиском информации в сети Интернет.

Код и наименование реализуемой компетенции	Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с индикаторами достижения компетенций
ПК-2: владеет базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований	<p>Знать: наиболее общие законы и правила, на которых базируются методы атомной и молекулярной спектроскопии, которые позволяют устанавливать взаимосвязи между действием электромагнитного излучения на вещество, природой, составом, строением и свойствами вещества, процессами, происходящими в веществе при оказании на него данного воздействия.</p> <p>Уметь: применять основные физико-химические законы для интерпретации экспериментальных результатов, полученных с использованием методов атомной и молекулярной спектроскопии.</p> <p>Владеть: навыками подготовки пробы для проведения исследования, техникой проведения простейшего экспериментального исследования с использованием физического оборудования, правилами обработки и обсуждения экспериментальных данных, полученных с применением методов атомной и молекулярной спектроскопии.</p>
ПК-4: способен применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	<p>Знать: принципы познания строения химических соединений разных типов с помощью экспериментальных и расчетных методов.</p> <p>Уметь: выявлять основные принципы строения химических частиц, связь между разными аспектами химической, электронной и пространственной структуры соединений.</p> <p>Владеть: навыками анализа и установления характера структуры на основе совокупности данных о физических и химических свойствах вещества, полученных экспериментальными и теоретическими методами. Уметь использовать свои знания на практике.</p>

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

4. ОБЩАЯ ТРУДОЕМКОСТЬ ДИСЦИПЛИНЫ

4.1. Объем дисциплины в зачетных единицах (всего): 5 ЗЕ

4.2. По видам учебной работы (в часах): 180


Вид учебной работы	Количество часов 180	
	Всего по плану	в т.ч. по семестрам
		7
1	2	3
Контактная работа обучающихся с преподавателем	126/18*	126/18*
Аудиторные занятия:		
Лекции	36/18*	36/18*
Практические и семинарские занятия	36	36
Лабораторные работы (лабораторный практикум)	54	54
Самостоятельная работа	18	18
Текущий контроль (количество и вид: контрольная работа, коллоквиум, реферат)	Тестирование, устный опрос, защита лабораторных работ	Тестирование, устный опрос, защита лабораторных работ
Курсовая работа	не предусмотрена	не предусмотрена
Виды промежуточной аттестации (экзамен, зачет)	Экзамен (36)	Экзамен (36)
Всего часов по дисциплине	180/18*	180/18*

*-количество часов, проводимых в интерактивной форме.


4.3. Содержание дисциплины. Распределение часов по темам и видам учебной работы:

Форма обучения очная


Название разделов и тем	Всего	Виды учебных занятий				Форма текущего контроля знаний
		Аудиторные занятия				
		Лекции	Практические занятия, семинары	Лабораторные работы	в т.ч. занятия в интерактивной форме	

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		


					ме		
1	2	3	4	5	6	7	8
1. Спектроскопические методы анализа	32	4/2*		27	2*	1	Тестирование, устный опрос, защита лабораторных работ
Методы атомной оптической спектроскопии							
2. Атомно-эмиссионный метод	9	4/2*	4		2*	1	Тестирование, устный опрос, защита лабораторных работ
3. Метод эмиссионной спектрометрии пламени	10	4/2*	4		2*	2	Тестирование, устный опрос, защита лабораторных работ
4. Атомно-абсорбционный метод	10	4/2*	4		2*	2	Тестирование, устный опрос, защита

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

							а лабор а- торны х работ
5. Атомно-флуоресцентный метод	10	4/2*	4		2*	2	Тести рован ие, устны й опрос, защит а лабор а- торны х работ
Методы молекулярной оптической спектроскопии							
6. Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия)	37	4/2*	4	27	2*	2	Тести рован ие, устны й опрос, защит а лабор а- торны х работ
7. Колебательная спектроскопия	8	2/1*	4		1*	2	Тести рован ие, устны й опрос, защит а лабор а- торны х работ
8. Молекулярная люминесцентная спектроскопия	8	2/1*	4		1*	2	Тести рован ие,

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

							устны й опрос, защит а лабор а- торны х работ
9. Методы рентгеновской спектроскопии	10	4/2*	4		2*	2	Тести рован ие, устны й опрос, защит а лабор а- торны х работ
10.Масс- спектроскопические методы анализа	10	4/2*	4		2*	2	Тести рован ие, устны й опрос, защит а лабор а- торны х работ
Виды промежуточной аттестации (экзамен)	36						Тести рован ие, устны й опрос, защит а лабор а- торны х работ

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Итого	180	36/18*	54	36	18	18	
-------	-----	--------	----	----	----	----	--

* - количество часов, проводимых в интерактивной форме

Используемые интерактивные образовательные технологии

В процессе изучения дисциплины, с целью формирования и развития профессиональных навыков обучающихся, наряду с традиционными видами занятий, проводятся занятия в интерактивных формах: компьютерных симуляций, деловых и ролевых игр-семинаров, разбор конкретных ситуаций, в сочетании с внеаудиторной работой. В рамках учебного курса предусмотрены встречи с представителями российских и зарубежных университетов и научных организаций, мастер-классы экспертов и специалистов.

Лекции проводятся в следующих формах: лекция-визуализация (с использованием различных форм наглядности: компьютерные симуляции, рисунки, фото, схемы и таблицы), лекция-консультация (осуществляемая в формате «вопросы – ответы»), проблемная лекция и лекция с заранее запланированными ошибками.

Практические занятия проводятся в следующих формах: коллективный разбор решения ситуационных задач на основе анализа подобных задач, анализ результатов демонстрационного эксперимента, а также выполнение исследовательских работ частично-поискового характера.

5. СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Тема 1. Спектроскопические методы анализа.

Спектр электромагнитного излучения (энергия, способы ее выражения; термины, символы и единицы энергии излучения; диапазоны излучения, типы энергетических переходов). Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмиссия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеяние. Классификация спектроскопических методов по энергии. Классификация спектроскопических методов на основе спектра электромагнитного излучения (атомная, молекулярная, абсорбционная, эмиссионная спектроскопия). Явления, обусловленные корпускулярной и волновой природой света. Общие принципы аналитической оптической спектроскопии.

Классификация спектров. Спектры атомов. Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы. Правила отбора. Законы испускания и поглощения. Вероятности электронных переходов и времена жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина.


Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Представление о полной энергии. Зависимость вида спектра от агрегатного состояния вещества.

Основные законы поглощения электромагнитного излучения (Бугера-Ламберта-Бера) и излучения (Ломакина-Шейбе). Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого соединения. Аппаратура. Способы монохроматизации лучистой энергии.

Классификация спектральных приборов. Характеристики спектральных приборов: дисперсия, разрешающая способность, светосила. Приемники излучения: фотоэмульсия, фотоэлементы, фотоумножители, полупроводниковые приемники излучения. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум; оценка минимального аналитического сигнала.

Методы атомной оптической спектроскопии

Тема 2. Атомно-эмиссионный метод.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Источники атомизации и возбуждения (атомизаторы). Их основные характеристики. Физические и химические процессы в атомизаторах. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Качественный и количественный анализ методом атомно-эмиссионной спектроскопии. Метрологические характеристики и аналитические возможности.

Тема 3. Метод эмиссионной спектроскопии пламени.

Подготовка пробы к анализу, особенности введения пробы в пламя. Горелки и распылители. Пламенные фотометры и спектрофотометры.

Тема 4. Атомно-абсорбционный метод.

Атомизаторы (пламенные и непламенные). Источники излучения (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра, лазеры), их характеристики. Возможности, преимущества и недостатки метода, его сравнение с атомно-эмиссионными методами (точность, избирательность, чувствительность, экспрессность). Примеры практического применения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.

Тема 5. Атомно-флуоресцентный метод.

Принцип метода; особенности и применение. Лазерно-атомно-флуоресцентный анализ.

Методы молекулярной оптической спектроскопии

Тема 6. Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия).

Сущность метода. Цвет и спектр. Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Способы получения окрашенных соединений. Фотометрические аналитические реагенты, требования к ним. Функциональный анализ по колебательным и электронным спектрам.

Понятие о происхождении электронных спектров поглощения. Особенности электронных спектров поглощения органических и неорганических соединений. Принципиальная схема получения спектра поглощения. Инструментальные погрешности; оптимальный интервал измеряемых значений оптической плотности.

Тема 7. Колебательная спектроскопия.

Сравнительная характеристика ИК-спектроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния (КР-спектроскопии). Возможности ИК-спектроскопии в качественном, количественном и структурном анализе. Основные приборы, преимущества ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье. Основной закон светопоглощения в ИК-спектроскопии, чувствительность метода. Ограничения ИК-спектроскопии. Использование КР-спектроскопии в неорганическом и органическом анализе.

Тема 8. Молекулярная люминесцентная спектроскопия.


Классификация видов люминесценции по источникам; механизму и длительности свечения. Схема Яблонского. Закон Стокса-Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина. Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции. Спектральные и физико-химические помехи. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода, сравнение с методом спектрофотометрии.

Тема 9. Методы рентгеновской спектроскопии.

Рентгеновские спектры, их особенности. Способы генерации, монохроматизации и регистрации рентгеновского излучения. Рентгеновские методы. Основные положения. Метрологические характеристики. Области применения.

Тема 10. Масс-спектрометрические методы.

Основные положения. Идентификация и определение органических веществ; элементный и изотопный анализ. Хромато-масс-спектрометрия. Общие представления о резонансных (ЭПР-, ЯМР-, Мессбауэровская спектроскопия) и ядерных методах. Метрологические

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

характеристики. Области применения.

6. ТЕМЫ ПРАКТИЧЕСКИХ И СЕМИНАРСКИХ ЗАНЯТИЙ

1. Спектр электромагнитного излучения.

Энергия фотонов, длина волны, частота, волновое число; связь между ними; термины, символы, единицы измерения. Составляющие внутренней энергии частиц и соответствующие им диапазоны электромагнитного излучения. Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмиссия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеяние. Классификация спектроскопических методов по природе частиц, взаимодействующих с излучением (атомные, молекулярные); характеру процесса (абсорбционные, эмиссионные); диапазону электромагнитного излучения.

2. Спектры атомов.

Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы, правила отбора. Вероятности электронных переходов и времена жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина. Причины уширения спектральных линий.

3. Спектры молекул, их особенности.

Схемы электронных уровней молекулы. Электронные, колебательные и вращательные спектры молекул. Зависимость вида спектра от агрегатного состояния вещества.

4. Основные законы испускания и поглощения электромагнитного излучения.

Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого компонента. Основные способы определения концентрации в спектроскопических методах.

5. Аппаратура.

Способы монохроматизации лучистой энергии. Классификация спектральных приборов, их характеристики: дисперсия, разрешающая способность, светосила. Приемники излучения: фотоэмульсия, фотоэлементы, фотоумножители, полупроводниковые приемники. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум.

6. Атомно-эмиссионный метод.


Принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрометра. Источники атомизации и возбуждения (атомизаторы): электрические разряды (дуговые, искровые, пониженного давления), пламена, плазменные источники (плазмотроны, индуктивно связанная плазма), лазеры. Их основные характеристики: температура, состав атмосферы атомизатора, концентрация электронов.

Физические и химические процессы в атомизаторах. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Особенности подготовки пробы и ее введения в атомизаторы различного типа. Качественный и количественный анализ методом атомно-эмиссионной спектрометрии. Метрологические характеристики и аналитические возможности.

7. Атомно-абсорбционный метод.

Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрометра. Атомизаторы (пламенные и непламенные). Источники излучения (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра, лазеры), их характеристики.

Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Возможности, достоинства и недостатки метода, его сравнение с атомно-эмиссионным методом. Метрологические характеристики.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Примеры практического применения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.

8. Молекулярная абсорбционная спектроскопия.

Важнейшие законы светопоглощения: закон Бугера – Ламберта – Бера и закон аддитивности оптических плотностей. Абсорбционная спектроскопия в УФ и видимой областях спектра (спектрофотометрия). Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Способы получения окрашенных соединений. Фотометрические аналитические реагенты, требования к ним. Способы определения концентрации веществ. Измерение высоких, низких оптических плотностей (дифференциальный метод). Анализ многокомпонентных систем. Спектрофотометрия как метод исследования реакций в растворах (комплексообразования, протолитических, агрегации), сопровождающихся изменением спектров поглощения. Метрологические характеристики и аналитические возможности. Примеры практического применения.

Принципиальная схема прибора. Классификация аппаратуры с точки зрения способа монохроматизации (фотометры, спектрофотометры). Причины отклонения от основного закона светопоглощения (инструментальные и физико-химические).

9. Инфракрасная спектроскопия.

Колебания молекул. Спектры ИК. Приборы и методика регистрации ИК-спектров. Сканирующие спектрометры и Фурье-спектрометры, оптические схемы приборов. Идентификация и структурно-групповой анализ в ИК-спектроскопии. Количественный анализ.

10. Молекулярная люминесцентная спектроскопия.

Классификация видов люминесценции по источникам возбуждения (хемилюминесценция, биолюминесценция, электролюминесценция, фотолюминесценция и др.); механизму и длительности свечения. Флуоресценция и фосфоресценция. Схема Яблонского. Закон Стокса – Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина. Принципиальная схема прибора.

Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции. Спектральные и физико-химические помехи. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода, сравнение с методом спектрофотометрии. Преимущества люминесцентной спектроскопии при идентификации и определении органических соединений. Примеры использования.

11. Место и роль спектроскопических методов в аналитической химии и химическом анализе.

7. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ (ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ)

I Рефрактометрический метод анализа

Лабораторная работа № 1

Определение процентного содержания неорганических и органических веществ в растворе

Цель работы:

1. Сформировать представление о теоретических основах рефрактометрии.
2. Ознакомить с работой рефрактометра.
3. Определить неизвестную концентрацию раствора изопропилового спирта.
4. Определить неизвестную концентрацию раствора хлорида натрия.

Оборудование: рефрактометр, мерные колбы на 25 мл.

Реактивы: 20% раствор $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$, 20%-ный раствор NaCl; анализируемый раствор.

Определение неизвестной концентрации изопропилового вещества

При выполнении рефрактометрических анализов часто пользуются удельной рефракцией r , см³/г:

$$r = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{1}{\rho} \quad (1)$$

Удельная рефракция смесей подчиняется правилу аддитивности: рефракция смеси и равна сумме удельных рефракций, составляющих смесь веществ, умноженных на их массовые доли.

Так, удельная рефракция водного раствора какого-либо вещества равна:

$$r = r_{\text{в-ва}} \cdot \omega_{\text{в-ва}} + r_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \omega_{\text{H}_2\text{O}} \quad (2)$$

Поскольку раствор состоит из двух компонентов, то:

$$\omega_{\text{в-ва}} + \omega_{\text{H}_2\text{O}} = 1 \quad (3)$$

Решая систему уравнений (2) и (3), можно найти массовую долю вещества в растворе.

Для нахождения удельной рефракции определяемого вещества можно определить коэффициент преломления и плотность чистого вещества, а можно раствора с известной его массовой концентрацией.

Выполнение работы.

Определение плотности растворов. Сухую колбу взвешивают на аналитических весах (m_0). Затем заполняют его до метки дистиллированной водой и снова взвешивают (m_1). По табл.1 находят плотность воды при температуре опыта и рассчитывают точный объем колбы.


$$V = (m_1 - m_0) / \rho(\text{H}_2\text{O}) \quad (4)$$

Таблица 1

$t, ^\circ\text{C}$	$\rho(\text{H}_2\text{O}), \text{г/см}^3$	$t, ^\circ\text{C}$	$\rho(\text{H}_2\text{O}), \text{г/см}^3$
15	0.9991	21	0.9980
16	0.9990	22	0.9978
17	0.9998	23	0.9976
18	0.9986	24	0.9973
19	0.9984	25	0.9971
20	0.9982	26	0.9968

Затем взвешивают колбу, заполненную 20%-ным раствором спирта и раствором спирта неизвестной концентрации, и рассчитывают плотности этих растворов.

Измерение показателей преломления. Измеряют на рефрактометре показатели преломления воды, 20%-ного раствора спирта и исследуемого раствора. Расчет удельной рефракции спирта производят путем решения системы уравнений (1) и (2). Расчет неизвестной концентрации. Используя полученные данные, по уравнениям 1 и 2 находят

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

ω анализируемого раствора.

Определение неизвестной концентрации хлорида натрия

Удельная рефракция твердого хлорида натрия (r_{NaCl}) не может быть определена экспериментально. Для ее нахождения необходимо взять раствор с известной массовой долей ω_{NaCl} и определить показатель преломления этого раствора и воды (n и $n_{\text{H}_2\text{O}}$), плотность раствора ρ , плотность воды при температуре эксперимента $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ по табл.1.

Если выразить рефракцию раствора r и растворителя $r_{\text{H}_2\text{O}}$ согласно формуле (1), то (3) примет вид:

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 - 2} \cdot \frac{1}{\rho} = r_{\text{NaCl}} \cdot \omega_{\text{NaCl}} + \frac{n_{\text{H}_2\text{O}}^2 - 1}{n_{\text{H}_2\text{O}}^2 + 2} \cdot \frac{1}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot (1 - \omega_{\text{NaCl}}). \quad (4)$$

Зная рефракцию твердого хлорида натрия, экспериментально определяют плотность и показатель преломления раствора NaCl неизвестной концентрации и по формуле (4) рассчитывают ω .

Выполнение работы. Определение плотности растворов проводят аналогично описанному выше варианту. Затем измеряют на рефрактометре показатели преломления воды, 20%-ного раствора хлорида натрия и исследуемого раствора. Расчет удельной рефракции NaCl производят относительно рефракции твердого хлорида натрия. Аналогично, используя полученные данные, путем решения уравнения (4) производят расчет ω_{NaCl} неизвестной концентрации.

ВЫВОДЫ

Лабораторная работа № 2.

Определение концентрации водорастворимых органических веществ

Цель работы:

1. Определение концентрации веществ (%) в водном растворе с использованием рефрактометрического метода анализа.

Оборудование: рефрактометр; фильтровальная бумага; технические весы; стаканы вместимостью 50 мл; мерный цилиндр вместимостью 10 мл; капельная пипетка; стеклянные палочки для перемешивания растворов; флакон для анализируемого раствора.

Реактивы: кристаллические водорастворимые органические вещества (сахароза, мочевины или др.).

Зависимость показателя преломления гомогенной двухкомпонентной смеси от ее состава устанавливается экспериментально, путем определения показателя преломления ряда эталонных растворов. При содержании растворенного вещества, не превышающем 20%, используют линейную зависимость показателя преломления от концентрации вещества.

$$n_p = n_0 + F\omega,$$

где n_p – показатель преломления раствора; n_0 – показатель преломления растворителя;

F – аналитический рефрактометрический фактор;

ω – массовая доля вещества в растворе, %.

Для нахождения значения аналитического рефрактометрического фактора F готовится серия стандартных растворов и измеряются их показатели преломления.

$$F = \frac{n_p - n_0}{\omega}$$

По формуле ω рассчитывают значения F и усредняют их.

Измерив затем показатель преломления анализируемого раствора n_x , можно вычислить концентрацию раствора:

$$\omega = \frac{n_x - n_0}{F}.$$

Выполнение работы.

Измерение показателя преломления дистиллированной воды. Открыть заслонку верхней (осветительной) призмы рефрактометра. При этом окошко нижней (измерительной) призмы должно быть закрыто. Держа за штуцер, поднять верхнюю призму рефрактометра и убедиться в отсутствии пылинок, ворсинок и возможных загрязнений на призмах рефрактометра.

Для предварительного промывания призм рефрактометра следует чистой капельной пипеткой равномерно нанести на нижнюю призму несколько капель дистиллированной воды и аккуратно распределить по ее поверхности, не касаясь пипеткой. Опустить и снова поднять верхнюю призму, аккуратно осушить обе призмы фильтровальной бумагой (не протирать, чтобы не поцарапать поверхность призм, а аккуратно промокнуть!).

Для измерения показателя преломления дистиллированной воды n_0 следует равномерно нанести на нижнюю призму рефрактометра несколько капель дистиллированной воды и аккуратно распределить по поверхности призмы. Опустить верхнюю призму и прижать ее крючком.

Открыть осветительное окошко на левой стенке рефрактометра. Поворачивая зеркало осветительного окошка и глядя в окуляр рефрактометра, добиться наилучшей освещенности шкалы. При наблюдении в окуляре должны быть видны: внизу поля зрения – шкала для измерения показателя преломления, выше шкалы – полукруглое поле с перекрестием в центре и с границей света и тени.

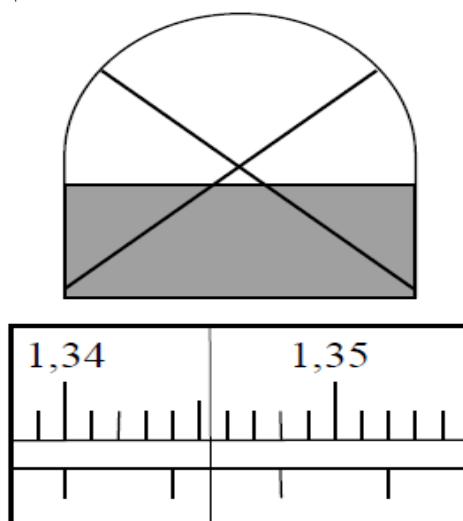


Схема поля зрения в рефрактометре
Вращением окуляра добиться отчетливой видимости перекрестия. Если граница

светотени не видна в поле зрения, найти ее путем поворота нижнего маховика на правой стенке рефрактометра. Вращением верхнего маховика добиться исчезновения окраски границы светотени, при этом граница будет наиболее четко видна.

Чтобы измерить показатель преломления, следует с помощью нижнего маховика переместить границу светотени до совпадения с перекрестием. По верхней шкале снять отсчет показателя преломления n_0 по положению вертикального штриха. Поднять верхнюю призму рефрактометра и аккуратно осушить обе призмы фильтровальной бумагой.

Приготовление стандартных растворов и измерения показателей преломления. По указанию преподавателя выбирают водорастворимое органическое вещество для работы.

Для расчета аналитического рефрактометрического фактора F следует последовательно приготовить 10 стандартных растворов с концентрациями 2–20% (так как точность рефрактометрического метода анализа невысокая, то с целью уменьшения погрешности определения следует готовить большое количество стандартных растворов).

Сначала следует рассчитать ориентировочные навески вещества для приготовления 10 г каждого раствора и занести данные в табл. 1

Включить технические весы в сеть, нажать кнопку «0/Т» и прогреть весы в течение 15–20 минут. Поставить чистый стакан на чашу весов и нажать кнопку «0/Т» для обнуления показаний. При этом на шкале весов установятся показания «0.00» и слева появится индикация «*», означающая, что результат взвешивания стабилен.

Положить в стакан навеску вещества, близкую к рассчитанной для приготовления раствора наименьшей концентрации. Дождаться установления стабильных показаний массы и значка «*» на шкале весов и записать массу навески в таблицу.

Добавить в стакан дистиллированную воду до достижения массы раствора ~10 г. Дождаться установления стабильных показаний массы и значка «*» на шкале весов и записать массу раствора в таблицу. Рассчитать ω , %.


Тщательно размешать раствор стеклянной палочкой до полного растворения вещества. Измерить показатель преломления раствора n_p аналогично измерению n_0 и записать в табл. 1.

Таблица 1

Результаты измерений и расчетов

№ р-ра	$\omega_{\text{теор}}, \%$	$m_{\text{расч}}, \text{Г}$	$m_{\text{взвеш}}, \text{Г}$	$m_{\text{р-ра}}, \text{Г}$	$\omega, \%$	n_p	$n_p - n_0$	F
1	2							
2	4							
3	6							
4	8							
5	10							
6	12							
7	14							
8	16							
9	18							
10	20							

Аналогично приготовить остальные стандартные растворы, рассчитать для них значения ω , %, и измерить показатели преломления. Данные занести в таблицу. После каждого измерения следует осушать призмы рефрактометра. После измерения показателя преломления самого концентрированного раствора следует несколько раз промыть

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

призмы рефрактометра дистиллированной водой, как указано выше.

Получить анализируемый раствор и измерить его показатель преломления n_x , записать значение в рабочий журнал. По окончании работы промыть призмы рефрактометра дистиллированной водой и осушить фильтровальной бумагой. Подержать рефрактометр некоторое время открытым для окончательной просушки.

Рассчитать значения аналитического рефрактометрического фактора F . Прежде чем проводить усреднение величины F , следует оценить полученные значения для исключения грубых промахов. После исключения грубых промахов усреднить оставшиеся близкие значения F и использовать полученное среднее значение для нахождения концентрации анализируемого раствора.

ВЫВОДЫ

II Турбидиметрический метод анализа

Лабораторная работа № 3 Турбидиметрическое определение сульфат-ионов

Цель работы:

1. Освоить навыки определения компонента раствора турбидиметрическим методом анализа.

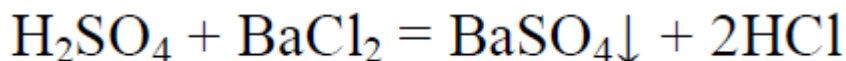
2. Определить массу сульфатов в растворе методом градуировочного графика.

Оборудование. КФК, кювета на 5 см, мерные колбы (50 и 100 мл), бюретки.

Реактивы: серная кислота, 0,0025 М титрованный раствор, хлорид бария - 10%-ный раствор, желатин – 0,5%-ный раствор.

Сущность работы.

Определение основано на реакции образования осадка сульфата бария ($IP = 1,1 \cdot 10^{-10}$):



и измерении кажущейся оптической плотности Акаж суспензии.

Для повышения точности определения измерения проводятся относительно раствора сравнения, содержащего все компоненты, кроме анализируемого.

В разбавленных растворах сульфатов выпадение осадка происходит медленно и образуется достаточно устойчивая во времени суспензия. Для повышения устойчивости добавляют стабилизаторы. Определение проводится методом градуировочного графика

Выполнение работы.


Подготовка фотоэлектроколориметра и кювет к работе.

Включить фотоэлектроколориметр в сеть и прогреть в течение ~30 минут. Тщательно вымыть кюветы.

Приготовление стандартных растворов для построения градуировочного графика и проведение измерений. Приготовить разбавленный стандартный раствор H_2SO_4 . Для этого в мерную колбу вместимостью 250,0 мл пипеткой внести 5,0 мл 0,0500 н. раствора H_2SO_4 , довести объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать. Рассчитать концентрацию приготовленного раствора C_0 (моль экв/л) и использовать в качестве исходного при приготовлении стандартных растворов для построения градуировочного графика.

Во все мерные колбы вместимостью 100,0 мл внести по 2 мл насыщенного раствора $BaCl_2$, добавить по ~20 мл дистиллированной воды и по 3 мл раствора стабилизатора (отмерять с помощью мерных цилиндров).

Раствор в одной из мерных колб довести до метки дистиллированной водой и

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

использовать в качестве раствора сравнения. Заполнить этим раствором кювету так, чтобы уровень жидкости был не ниже метки на кювете.

Протереть фильтровальной бумагой рабочие грани кюветы (на которых нанесена метка – через эти грани будет проходить световой поток), чтобы на них не оставалось капелек раствора, ворсинок, отпечатков пальцев. Кюветы следует держать за боковые грани, через которые не будет проходить световой поток. Поместить кювету с раствором сравнения в дальнюю ячейку кюветного отделения фотоэлектроколориметра.

Поскольку одним из условий проведения турбидиметрического анализа является одинаковое время выдержки всех приготавливаемых суспензий, то в данной работе нельзя сначала приготовить все стандартные растворы, а затем проводить измерения. Каждый стандартный раствор следует готовить непосредственно перед измерением и выдерживать одинаковый интервал времени между приготовлением суспензии и измерением $A_{\text{каж}}$. Для записи результатов подготовить табл. 1.

Таблица 1

Данные для построения градуировочного графика

№ колбы	1	2	3	4	5
Объем стандартного раствора H_2SO_4 , мл	5,0	10,0	15,0	20,0	25,0
Концентрация раствора H_2SO_4 , моль экв/л					
Значение $A_{\text{каж}}$					

В мерную колбу № 1 пипеткой внести 5,0 мл исходного стандартного раствора H_2SO_4 с концентрацией C_0 , быстро довести объем до метки дистиллированной водой, перемешать и отметить время. Через 3 минуты перемешать суспензию в колбе и заполнить вторую кювету. Поместить кювету в ближнюю ячейку кюветного отделения фотоэлектроколориметра. Закрыть кюветное отделение. Установить ручку перемещения каретки влево – в этот момент на пути светового потока находится раствор сравнения. Рукоятками установки нуля «Грубо» и «Точно» на приборе установить стрелку на нулевую отметку нижней шкалы D (A).

Перевести ручку каретки вправо – в этот момент на пути светового потока находится анализируемый раствор. По положению стрелки на шкале отметить значение $A_{\text{каж}}$ и записать в табл. 1.

В мерную колбу № 2 пипеткой внести 10,0 мл исходного стандартного раствора H_2SO_4 с концентрацией C_0 , быстро довести объем до метки дистиллированной водой, перемешать и отметить время. Через 3 минуты перемешать суспензию в колбе и провести измерения, как описано выше. Аналогично приготовить остальные суспензии в соответствии с табл. 1 и провести измерения. Данные занести в таблицу.


Рассчитать концентрации H_2SO_4 в стандартных растворах (моль экв/л) и занести в таблицу. По данным таблицы построить градуировочный график в координатах $A_{\text{каж}} - C$.

Проведение анализа. Получить анализируемый раствор в мерную колбу вместимостью 100,0 мл (в которую заранее добавлены растворы $BaCl_2$ и стабилизатора в той же последовательности и тех же количествах, что и при приготовлении стандартных суспензий).

Быстро довести объем до метки дистиллированной водой, перемешать и отметить время. Через 3 минуты перемешать суспензию и провести измерение $A_{\text{каж}}$, как описано выше. По градуировочному графику определить концентрацию H_2SO_4 в анализируемом растворе (моль экв/л) и рассчитать массу H_2SO_4 (г) в пробе:

$$m(H_2SO_4) = C(H_2SO_4) \cdot V_{\text{р-ра}} \cdot M(H_2SO_4).$$

ВЫВОДЫ

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Лабораторная работа № 4. Турбидиметрическое определение свинца

Цель работы:

1. Закрепить навыки определения компонента раствора турбидиметрическим методом анализа.
2. Научиться определять содержание исследуемого компонента методом градуировочного графика и методом шкалы.

Реактивы: нитрат свинца (кр.), дихромат калия - водный раствор с массовой долей вещества 5%, кислота азотная (конц.), ацетатный буферный раствор.

Приборы: фотоэлектроколориметр, колбы мерные (100 мл), пробирки градуированные (10 мл), пипетки дифференциальные (1-2 мл), пипетка капельница, воронка стеклянная.

Сущность метода

Определение основано на образовании суспензии хромата свинца и последующей оценке интенсивности помутнения либо визуально, либо с помощью фотоэлектроколориметра.

Приготовление стандартного раствора свинца

Точную навеску нитрата свинца ($Pb(NO_3)_2$ массой около $0,16 \pm 0,01$ г взвешивают на аналитических весах, растворяют в небольшом объеме воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл. Подкисляют раствор одной каплей концентрированной азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают. Полученный раствор (раствор 1) содержит около 1 мг/мл свинца.

В другой мерной колбе готовят рабочий раствор нитрата свинца (раствор 2), разбавляя раствор 1 в 10 раз. Рассчитывают точную концентрацию раствора 2, исходя из взятой навески (около 0,1 мг/мл Pb).

Приготовление раствора дихромата калия


Из кристаллического препарата $K_2Cr_2O_7$ готовят 5%-й раствор общим объемом 10 мл, растворяя навеску соли в воде (1 раствор).

Приготовление суспензий стандартных растворов хромата свинца и измерение оптической плотности

В пять градуировочных пробирок вместимостью 10 мл помещают разные (от 1 до 5 мл) объемы рабочего раствора свинца (раствор 2) и доводят объем растворов до 9 мл водой. В шестой пробирке готовят холостую пробу, помещая в нее 9 мл воды, вместо раствора свинца. Затем в каждую из шести пробирок добавляют по 1 мл буферного раствора и по 3 капли приготовленного раствора дихромата калия. Закрывают пробирки пробками и перемешивают растворы, соблюдая одинаковые приемы перемешивания. Оставляют растворы в покое на 10 мин. Измеряют по очереди оптическую плотность всех растворов при 540 нм, используя кювету с толщиной слоя 1 см. Измерение проводят относительно холостой пробы. Строят градуировочный график в координатах оптическая плотность – масса Pb.

Анализ исследуемого раствора методом градуировочного графика

Исследуемый раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят до метки водой. Аликвоту полученного раствора объемом 1-5 мл помещают в пробирку, доводят объем раствора водой до 9 мл, приливают 1 мл буферного раствора и 3 капли раствора дихромата калия. Закрывают пробирку пробкой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность полученной суспензии относительно раствора холостой пробы ($\lambda=540$ нм, $l = 1$ см). С помощью градуировочного графика находят массу свинца во взятой для анализа пробе и рассчитывают массу свинца в исходном растворе, учитывая произведенные разбавления.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Анализ исследуемого раствора повторяют не менее трех раз и представляют результат как $(m \pm \delta)$, где m - среднее значение массы свинца в исходном растворе, мг; δ - доверительный интервал.

Определение свинца методом шкалы

Находясь в условиях, в которых использование фотоэлектроколориметра невозможно, определение свинца можно выполнить визуально методом шкалы (стандартных серий). Для этого нужно приготовить суспензии хромата свинца для стандартных и исследуемых растворов одновременно. При этом холостую пробу готовить не нужно. Через 10 мин после приготовления и перемешивания растворов открывают пробки и сравнивают интенсивность помутнения в пробирке, содержащей исследуемый раствор, с интенсивностью помутнения в пробирках, содержащих стандартные растворы свинца. Рассматривая растворы сверху вниз.

ВЫВОДЫ

III Поляриметрический метод анализа

Лабораторная работа № 5.

Определение концентрации растворов сахарозы

Цель работы:

1. Познакомиться с работой сахариметра.
2. Определить концентрацию растворов сахара.

Оборудование: сахариметр.

Реактивы: набор трубок с раствором сахара известной и неизвестной концентрации.

Принцип работы сахариметра состоит в следующем. Свет от источника проходит сначала через поляризатор и поляризуется. Затем его пропускают через полутеневую пластину, которая разделяет свет на две половины так, что плоскость поляризации обеих половин светового пучка составит одинаковый угол с плоскостью пропускания анализатора, расположенного после пластины. При этом в окуляре видны два поля сравнения одинаковой яркости, разделенные тонкой линией (рис. 1а).



Рисунок 1

Если в кюветное отделение между поляризатором и анализатором поместить трубку с раствором сахара, то раствор повернет плоскость поляризации.

Равенство полей сравнения нарушится (рис. 1б, в). Уравнивая яркость полей сравнения, производят отсчет по нониусу шкалы, которую наблюдают через верхний окуляр. Поля сравнения наблюдают через нижний окуляр.

В сахариметре применена международная сахарная шкала. $100^{\circ}S$ соответствуют $34,62^{\circ}$ угловым. Цена деления основной шкалы $1^{\circ}S$, цена деления нониуса $0,05^{\circ}S$. Установка нуля нониуса показана на рис. 2.

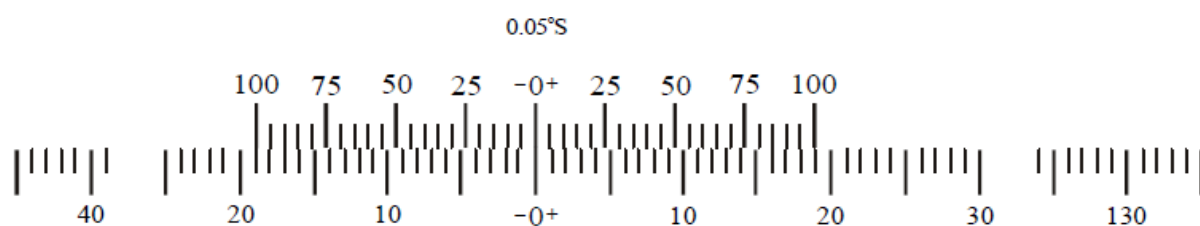


Рисунок 2

На рис. 3 показано положение нониуса и шкалы, соответствующее отсчету «+11,55⁰S» (нуль нониуса расположен правее нуля шкалы на 11 полных делений и в правой части нониуса с одним из делений шкалы совмещается его одиннадцатое деление).

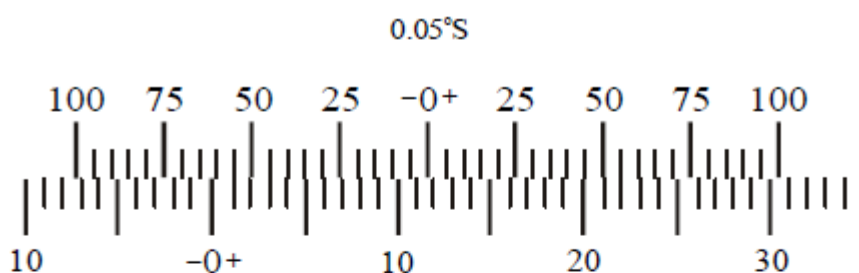


Рисунок 3

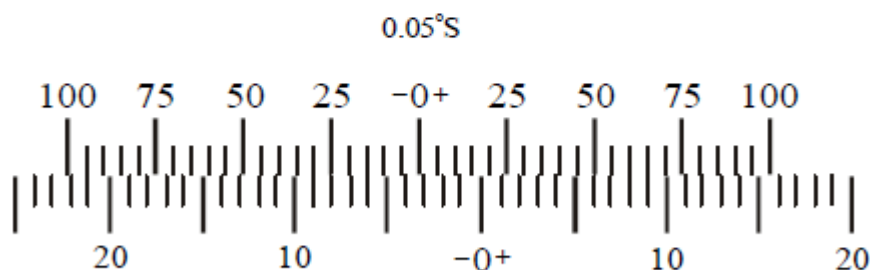



Рисунок 4

На рис. 4 показано положение нониуса и шкалы, соответствующее отсчету «-3,25⁰S» (нуль нониуса расположен левее нуля шкалы на три полных деления и в левой части нониуса с одним из делений шкалы совмещается его пятое деление).

Выполнение работы

1. Включить шнур электропитания в сеть.
2. Включить кнопкой осветитель и установить рукой резистора такую яркость полей, при которой наиболее четко воспринимается зрением разница яркости полей сравнения.
3. Проверить установку нуля. Для этого надо закрыть крышку кюветного отделения без установки в нем кюветы. Уравнять яркость полей сравнения вращением ручки компенсатора, который находится под нижним окуляром. Нулевое деление нониуса должно совместится с нулевым делением шкалы. Если нулевой отсчет отличается от нуля не более чем на одно деление нониуса, нуль считается установленным правильно.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

4. Поместить в кюветное отделение в трубку с раствором известной концентрации. Измерить длину трубки (см). Вращая ее вокруг своей оси или перемещая по кюветному отделению, найти такое положение, при котором линия раздела полей сравнения делит поле зрения на две равные части. Поля сравнения при этом имеют разную яркость (см. рис. 1б, в).

5. Вращая ручку компенсатора, уравнивать поля сравнения (см. рис 1а) и снять отсчет по шкале.

6. Повторить опыт с раствором известной концентрации еще два раза согласно пункту 5. Перед началом каждого опыта нуль шкалы совмещать с нулем нониуса.

7. Аналогичные измерения провести для двух трубок с растворами неизвестной концентрации. Измерить длину трубок (см).

Расчеты

1. Найти среднее значение угла поворота плоскости поляризации раствором известной концентрации.

2. По найденному среднему значению угла поворота, известной длине трубки и известной концентрации c_0 , рассчитать постоянную вращения $[a]$:

$$[a] = \frac{\varphi_{\text{ср}}}{c_0 l_0} .$$

3. Рассчитать концентрацию раствора в первой трубке по результатам каждого опыта. Найти среднее значение концентрации.

4. Рассчитать) концентрацию раствора во второй трубке по результатам каждого опыта. Найти среднее значение концентрации.

5. Рассчитать абсолютную погрешность как для прямых измерений для каждой концентрации.

6. Найти относительную погрешность измерений каждого опыта. Записать окончательные результаты в стандартном виде:

$$c = \langle c \rangle \pm \Delta c$$

Таблица 1

№ п/п	l_0 , см	c_0 , %	φ , °S
1			
2			
3			
среднее			

Таблица 2

№ п/п	l , см	φ , °S	c , %
1			
2			
3			
среднее			

Таблица 3

№ п/п	l , см	φ , °S	c , %
1			
2			
3			
среднее			

ВЫВОДЫ

IV Спектрофотометрия

Лабораторная работа № 6.

Спектрофотометрическое определение ионов металлов

Цель работы:


1. Ознакомление с техническими данными, принципом действия и порядком работы на спектрофотометре.
2. Раздельное определение ионов металлов в их смеси.

Оборудование: спектрофотометр.

Реактивы: стандартный раствор соли меди (II) и никеля (II) (0,1 М), серная кислота (2 н), анализируемый раствор.

Метод основан на законе аддитивности светопоглощения:

$$\begin{aligned}
 A_{\lambda_1} &= l \cdot (\varepsilon_{M_1^{n+}, \lambda_1} \cdot c_{M_1^{n+}} + \varepsilon_{M_2^{n+}, \lambda_1} \cdot c_{M_2^{n+}}); \\
 A_{\lambda_2} &= l \cdot (\varepsilon_{M_1^{n+}, \lambda_2} \cdot c_{M_1^{n+}} + \varepsilon_{M_2^{n+}, \lambda_2} \cdot c_{M_2^{n+}});
 \end{aligned}
 \tag{1}$$

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Измерив светопоглощение исследуемого раствора при двух длинах волн λ_1 и λ_2 и решив систему уравнений (1), можно определить концентрации ионов M_1^{n+} и M_2^{n+} . Длины волн λ_1 и λ_2 , при которых следует производить измерения светопоглощения, выбирают по спектрам поглощения ионов M_1^{n+} и M_2^{n+} . Молярные коэффициенты поглощения определяются путем измерения поглощения индивидуальных растворов определяемых ионов металлов с известной концентрацией.

Выполнение работы.

Получение спектров поглощения. В мерную колбу на 25 мл вносят 10,0 мл стандартного раствора меди(II), 5 мл серной кислоты и доводят до метки водой. Готовят раствор сравнения. Снимают спектр поглощения, измеряя светопоглощение в интервале длин волн 400 – 700 нм через каждые 10 нм, а в области максимума – через 2 нм. По полученным данным строят график зависимости $A=f(\lambda)$.

Аналогично готовят рабочий раствор Ni^{2+} . На фоне того же раствора сравнения снимают спектр поглощения в интервале длин волн 350–900 нм и строят график зависимости $A=f(\lambda)$ в той же системе координат. На основании анализа спектров выбирают λ_1 и λ_2 , при выбранных длинах волн рассчитывают молярные коэффициенты светопоглощения меди(II) и никеля(II).

Анализ исследуемого раствора. В мерную колбу на 25 мл получают исследуемый раствор, содержащий смесь ионов металлов. Обрабатывают его так же, как и эталонные растворы и измеряют светопоглощение при выбранных длинах волн на фоне того же раствора сравнения. Решая систему уравнений (1), рассчитывают концентрацию обоих компонентов.

ВЫВОДЫ

Лабораторная работа № 7.

Определение концентрации меди в водном растворе медного купороса неизвестной концентрации

Цель работы:

1. Измерение спектра пропускания водного раствора медного купороса неизвестной концентрации.
2. Определение коэффициента молярной экстинкции иона Cu^{2+} в растворе медного купороса
3. Определение содержания меди в водном растворе медного купороса неизвестной концентрации.

Оборудование: спектрофотометр, колбы мерные, весы.

Реактивы: 0,20 М раствор медного купороса, анализируемый раствор.

Подготовка к измерению

Включите спектрофотометр.

Установите требуемую длину волны, вращая рукоятку в сторону увеличения длин волн. Если при этом шкала повернется на большую величину, то возвратите ее назад на 3–5 нм и снова подведите к требуемому делению.

Измерение коэффициента пропускания

Установите на пути потока излучения контрольный образец, перемещая каретку.

При отсутствии образца сравнения величина потока, проходящего через свободное окно держателя фильтров, принимается за 100% пропускания.

Установите стрелку измерительного прибора на нуль рукояткой НУЛЬ.

Откройте фотоэлемент, поставив рукоятку шторки в положение ОТКР.

Установите стрелку измерительного прибора на деление «100%», вращая рукоятку механизма изменения ширины щели.

Установите в рабочее положение измеряемый образец, перемещая каретку рукояткой, снимите отсчет по шкале пропускания T (или по шкале оптической плотности D).

Выведите из потока излучения измеряемый образец и введите контрольный образец, при этом стрелка измерительного прибора должна вернуться к делению «100%»

Измерения спектра пропускания раствора медного купороса

Для измерения спектра пропускания на место контрольного образца установите кювету с дистиллированной водой, а на место измеряемого образца - кювету с раствором медного купороса.

Измерения следует проводить в диапазоне 500 - 1100 нм с шагом 20 нм. Результаты заносятся в таблицу 1:

λ (НМ) ДЛИНА ВОЛНЫ	T (%) ПРОПУСКАНИЯ	k_{λ} (СМ ⁻¹) КОЭФФИЦИЕНТ ПОГЛОЩЕНИЯ
500		
520		
1100		


Коэффициент поглощения k_{λ} рассчитывается по формуле:

$$k_{\lambda} = -\frac{1}{d} \ln \tau \quad , \quad \text{где}$$

τ - коэффициент пропускания ($\tau = T$ (%) / 100),

d - толщина образца в см (в нашем случае толщина кюветы $d = 1$ см).

На листе миллиметровой бумаги постройте спектр поглощения водного раствора медного купороса, то есть зависимость $k_{\lambda} = K_{\lambda}(\lambda)$. Из полученной зависимости определите длину волны, соответствующую положению максимуму полосы поглощения..

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Определение коэффициента молярной экстинкции иона Cu^{2+} в растворе CuSO_4 .

Полосы поглощения, наблюдаемые в спектре поглощения CuSO_4 , обусловлены ионами Cu^{2+} . Интенсивность полос поглощения зависит от концентрации красящих ионов и их коэффициента молярной экстинкции. Согласно закону Бугера-Ламберта - Бера:

$$k_{\lambda} = \xi_{\lambda} \cdot C, \text{ где}$$

$$C \left[\frac{\text{моль}}{\text{литр}} \right] - \text{концентрация растворенного вещества,}$$

$$\xi_{\lambda} \left[\frac{\text{см}^{-1} \cdot \text{литр}}{\text{моль}} \right] - \text{коэффициент молярной экстинкции.}$$

Таким образом - ξ , по сути, удельная поглощательная способность вещества.

Для определения коэффициента молярной экстинкции постройте зависимость коэффициента поглощения (K_{λ}) в максимуме полосы поглощения (при λ_{max}) от концентрации Cu^{2+} .

Измерьте величину коэффициента поглощения K_{λ} в максимуме полосы поглощения двухвалентной меди (λ_{max}) в диапазоне концентраций 0 - 0,20 моль/литр, например, при пяти различных концентрациях (можно взять, например, 0,20; 0,15; 0,10; 0,05; 0,025, 0,00 моль/литр). Химическая формула медного купороса, используемого в работе: $\text{Cu}_2\text{SO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ (для справки: удельные веса: Cu-64, S -32, H-1, O-16).

Для этого приготовьте соответствующие растворы медного купороса в дистиллированной воде. Рекомендуется сначала приготовить раствор с концентрацией 0,20 моль/литр в количестве 20 миллилитров, а затем разбавлять его дистиллированной водой до следующих концентраций. Объем кюветы примерно 5 мл.


Обработка полученных результатов

По полученным значениям K_{λ} и C требуется построить зависимость $K_{\lambda} = K_{\lambda}(C)$, которая в соответствии с законом Ламберта-Бугера-Бера, должна иметь линейный характер. Для построения прямой воспользуйтесь методом наименьших квадратов. Коэффициенты а и b в уравнение $y = ax + b$ определяются из выражений:

$$a = \frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i \cdot \sum_{i=1}^n y_i - n \sum_{i=1}^n x_i \cdot y_i \right)}{\left[\left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2 - n \sum_{i=1}^n x_i^2 \right]};$$

$$b = \frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i \cdot \sum_{i=1}^n x_i y_i - \sum_{i=1}^n y_i \cdot \sum_{i=1}^n x_i^2 \right)}{\left[\left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2 - n \sum_{i=1}^n x_i^2 \right]}, \text{ где}$$

y_i – измеренные значения коэффициента поглощения K_{λ} ; x_i – концентрация ионов

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

меди; n - число измерений.

Дисперсия величин a и b:

$$S_a^2 = \frac{S_n^2 \cdot n}{\left[n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2 \right]}$$

$$S_b^2 = \frac{S_n^2 \cdot \sum_{i=1}^n x_i^2}{\left[n \cdot \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2 \right]}, \text{ где}$$

$$S_n^2 = \frac{\sum_{i=1}^n [y_i - y(x_i)]^2}{(n - 2)}$$

Полученное значение коэффициента a в уравнении $y=ax+b$ и есть искомое значения коэффициента молярной экстинкции ξ_λ для иона Cu^{2+} в максимуме полосы поглощения. Определите концентрацию ионов Cu^{2+} в растворе медного купороса, спектр пропускания которого был измерен в начале данной работы.

ВЫВОДЫ.

Лабораторная работа № 8.

Спектрофотометрическое определение перманганата калия и дихромата калия при совместном присутствии

Цель работы:

1. Определить массу KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в растворе спектрофотометрическим методом.

Оборудование: Мерные колбы вместимостью 100,0 мл; пипетки градуированные вместимостью 5,0 мл; мерный цилиндр вместимостью 5 мл; спектрофотометр; 4 кюветы длиной 1,0 см.

Реактивы: Стандартный 0,01 М раствор KMnO_4 ; стандартный 0,05 М раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$; 2 н раствор H_2SO_4 .

Описание лабораторной работы в приложении к программе

Сущность работы.

Ионы MnO_4^- и $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ интенсивно окрашены и поглощают свет в видимой области спектра (рис. 1). Значения их молярных коэффициентов поглощения ε в области максимального поглощения достаточно велики, что позволяет проводить определение каждого иона по собственному поглощению, без перевода в окрашенные соединения.

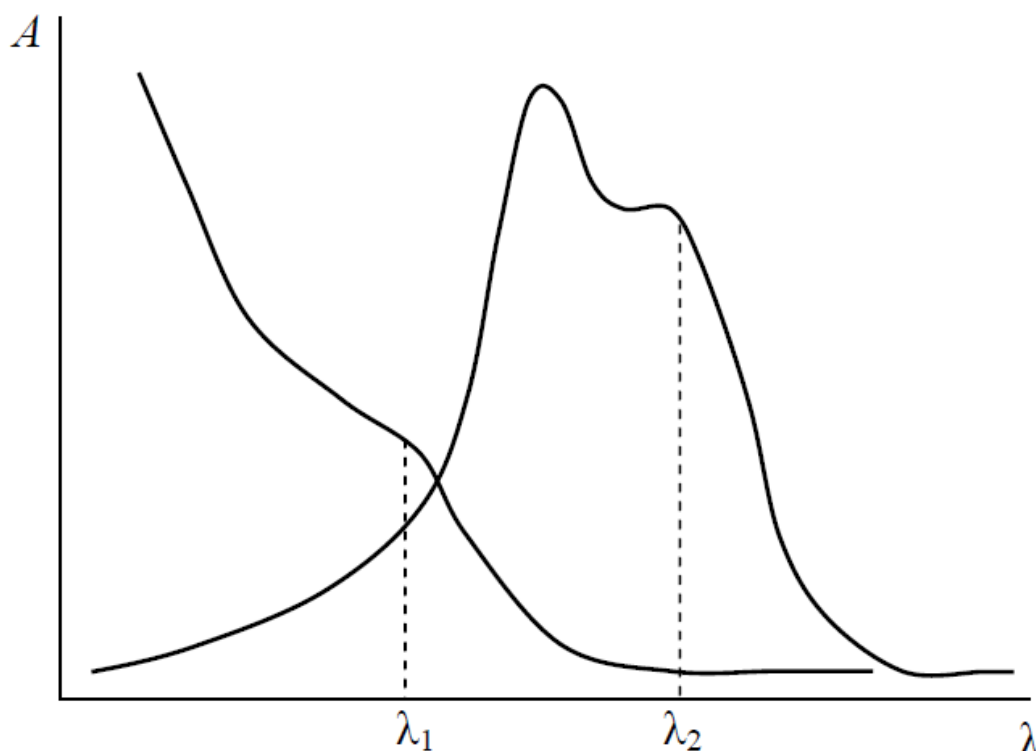


Рис. 1. Вид спектров поглощения KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Определение перманганат- и дихромат-ионов при совместном присутствии основано на законе аддитивности светопоглощения. Поскольку их спектры накладываются не полностью, то систему уравнений и можно упростить. С этой целью для измерений оптической плотности анализируемой смеси необходимо выбрать длины волн λ_1 и λ_2 так, чтобы при λ_1 хорошо поглощали свет оба вещества, а при λ_2 – только KMnO_4 .

Тогда можно записать:

$$A_{\lambda_1} = A_{\text{KMnO}_4, \lambda_1} + A_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7, \lambda_1} = \varepsilon_{\text{KMnO}_4, \lambda_1} \cdot l \cdot C_{\text{KMnO}_4} + \varepsilon_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7, \lambda_1} \cdot l \cdot C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}; \quad (12)$$

$$A_{\lambda_2} = A_{\text{KMnO}_4, \lambda_2} = \varepsilon_{\text{KMnO}_4, \lambda_2} \cdot l \cdot C_{\text{KMnO}_4}. \quad (13)$$

Для выбора длин волн λ_1 и λ_2 , а также для расчета значений ε при выбранных длинах волн отдельно готовят стандартные растворы каждого вещества и измеряют их оптические плотности при различных длинах волн (спектры поглощения). Для повышения точности определения измерения проводятся относительно раствора сравнения, содержащего все компоненты, кроме анализируемых.

Выполнение работы.

Подготовка спектрофотометра и кювет к работе. Выбрать в качестве источника излучения лампу накаливания, для этого поставить ручку переключения ламп в правое положение. Включить спектрофотометр в сеть и прогреть в течение ~30 минут. Тщательно вымыть кюветы.

Приготовление разбавленных стандартных растворов KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. В мерную колбу вместимостью 100,0 мл пипеткой внести 5,0 мл исходного стандартного 0,01000 М раствора KMnO_4 и с помощью мерного цилиндра добавить 5 мл раствора H_2SO_4 . Раствор довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать. Рассчитать концентрацию приготовленного раствора.

Аналогично приготовить разбавленный стандартный раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ из исходного

0,05000 М раствора.

Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 100,0 мл внести 5 мл раствора H_2SO_4 , довести объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Получение спектров поглощения. Заполнить одну кювету раствором сравнения, вторую – приготовленным стандартным раствором $KMnO_4$, третью – приготовленным стандартным раствором $K_2Cr_2O_7$ (предварительно ополоснуть кюветы заливаемыми растворами).

Протереть фильтровальной бумагой рабочие грани кювет, через которые будет проходить световой поток, чтобы на них не оставалось капелек раствора, ворсинок, отпечатков пальцев. Кюветы следует держать за боковые грани, через которые не будет проходить световой поток.

Поместить кювету с раствором сравнения в ближнюю ячейку (№ 1) кюветного отделения спектрофотометра, кювету со стандартным раствором $KMnO_4$ – в ячейку № 2, кювету со стандартным раствором $K_2Cr_2O_7$ – в ячейку № 3. Закрыть кюветное отделение.

Рукояткой выбора длин волн установить длину волны 350 нм. Вращать рукоятку следует в сторону увеличения длин волн. Если при этом шкала повернется на большую величину, то вернуть ее назад на 3–5 нм и снова подвести к требуемому делению.

Установить ручку перемещения каретки в положение 1. Установить стрелку прибора на нуль по шкале Т рукояткой «НУЛЬ». Открыть фотоэлемент, поставив рукоятку шторы в положение «ОТКР». В этот момент на пути светового потока находится раствор сравнения. Установить стрелку прибора на нуль по шкале оптической плотности А (D) рукояткой «ЩЕЛЬ».

Установить ручку перемещения каретки в положение 2 – в этот момент на пути светового потока находится стандартный раствор $KMnO_4$. Снять отсчет по шкале оптической плотности и занести значение в табл. 1.

Установить ручку перемещения каретки в положение 3 – в этот момент на пути светового потока находится стандартный раствор $K_2Cr_2O_7$. Снять отсчет по шкале оптической плотности и занести значение в табл. 1

Таблица 1.

Данные для построения спектров поглощения $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$

λ , нм	A_{KMnO_4}	$A_{K_2Cr_2O_7}$
350		
360		
...		


Закрыть фотоэлемент, поставив рукоятку шторы в положение «ЗАКР».

Рукояткой выбора длин волн установить длину волны 360 нм и повторить действия, как описано выше. Провести измерения оптической плотности в диапазоне длин волн 350–600 нм. Занести данные в табл. 1.

По полученным данным построить графики в координатах А (D) – λ (оба графика в одной системе координат). Выбрать длины волн λ_1 и λ_2 и рассчитать значения ϵ для $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$ при выбранных длинах волн. Результаты занести в табл. 2.

Таблица 2

Значения молярных коэффициентов поглощения $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Вещество	ε_{λ_1}	ε_{λ_2}
KMnO ₄		
K ₂ Cr ₂ O ₇		–

Проведение анализа. К полученному анализируемому раствору добавить 5 мл раствора H₂SO₄, довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Заполнить четвертую кювету анализируемым раствором (предварительно ополоснуть ее этим раствором), протереть фильтровальной бумагой рабочие грани кюветы.

Поместить кювету в ячейку № 4 кюветного отделения спектрофотометра. Закрывать кюветное отделение. Измерить оптическую плотность при выбранных длинах волн относительно раствора сравнения в ячейке № 1.

Подставить полученные данные в систему уравнений (12) и (13) и рассчитать концентрации KMnO₄ и K₂Cr₂O₇ в анализируемом растворе (моль/л) и массу каждого вещества (г) в пробе по формулам:

$$m(\text{KMnO}_4) = C(\text{KMnO}_4) \cdot V_{\text{р-ра}} \cdot M(\text{KMnO}_4);$$

$$m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = C(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V_{\text{р-ра}} \cdot M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7).$$

ВЫВОДЫ

Лабораторная работа № 9.

Определение молибдена в стали по поглощению в ультрафиолетовой области спектра

Цель работы:

1. Отработать навыки снятия спектра поглощения и выбора длины волны.
2. Определение молярного коэффициента поглощения.
3. Определить массовую долю молибдена в стали.


Оборудование: спектрофотометр, кювета – 1 см, колбы мерные (100 и 500 мл), пипетки, весы.

Реактивы: молибдат аммония - кристаллический; 20 %-ный раствор NaOH, соляная и серная кислоты – конц.

Для растворения стали, содержащей в своем составе примесь молибдена, применяют смесь концентрированных хлористоводородной и азотной кислот, при этом образуются соединения молибдена (VI). Максимум поглощения молибдена (VI) расположен примерно в области $\lambda = 230$ нм. Это дает возможность определять молибден в растворе спектрофотометрическим методом в ультрафиолетовой области спектра. Концентрацию молибдена устанавливают по значению молярного коэффициента поглощения раствора.

Приготовление эталонного раствора. На аналитических весах отвешивают 0,2 г молибдата аммония марки «х. ч.» и помещают его в мерную колбу емкостью 500 мл; растворяют в воде, доводят водой до метки и перемешивают. Молярная концентрация такого раствора равна 0.0003236 моль/л.

Пипеткой отбирают 20 мл полученного раствора, переносят в мерную колбу емкостью 200 мл, прибавляют 4 мл 20%-ного раствора NaOH, доводят водой до метки и перемешивают. Молярная концентрация полученного раствора равна 0,000032362 моль/л.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

Определение молярного коэффициента поглощения. Определяют оптическую плотность полученного эталонного раствора при $\lambda = 230 \text{ нм}$, применяя кварцевую кювету длиной 1 см. Нулевой раствор готовят следующим образом: в мерную колбу емкостью 200 мл помещают 4 мл 20%-ного раствора NaOH и разбавляют водой до метки. Оптическую плотность эталонного раствора определяют на спектрофотометре СФ. Измерения проводят 3 раза и берут среднее арифметическое полученных результатов. По полученным значениям оптической плотности эталонного раствора вычисляют молярный коэффициент поглощения раствора молибдена (VI).

Методика определения. Отвешивают на аналитических весах 0,4 г стали, содержащей 2—3% молибдена. Навеску растворяют в фарфоровой чашке в хлористоводородной кислоте (пл. 1,17 г/см³), к которой добавляют 1—2 мл концентрированной HNO₃. Смесь выпаривают досуха на водяной бане, остаток растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу емкостью 200 мл. Осадок промывают водой, собирая промывные воды в мерную колбу, доводят объем до метки водой и перемешивают. Из колбы отбирают пипеткой в стакан 20 мл раствора, прибавляют 5 мл 20%-ного раствора NaOH и нагревают до кипения. Полученный осадок отфильтровывают и промывают водой, собирая фильтрат и промывные воды в другой стакан. Раствор фильтруют вновь в мерную колбу емкостью 200 мл. Фильтр промывают водой, собирая промывные воды в мерную колбу, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора при $\lambda = 230 \text{ нм}$ 3 раза и берут среднее арифметическое полученных результатов.

Расчет. Вычисляют концентрацию полученного раствора (моль/л) и количество молибдена. Зная содержание молибдена в исследуемой навеске, рассчитывают процентное его содержание (x) в стали по формуле:

$$X = g \cdot 100 / a, \text{ где } a \text{ — навеска стали.}$$


ВЫВОДЫ.

8. ТЕМАТИКА КУРСОВЫХ, КОНТРОЛЬНЫХ РАБОТ, РЕФЕРАТОВ


Не предусмотрены.

9. ПЕРЕЧЕНЬ ВОПРОСОВ К ЭКЗАМЕНУ

1. Спектроскопические методы анализа.
2. Спектр электромагнитного излучения (энергия, способы ее выражения; термины, символы и единицы энергии излучения; диапазоны излучения, типы энергетических переходов).
3. Основные типы взаимодействия вещества с излучением: эмиссия (тепловая, люминесценция), поглощение, рассеяние.
4. Классификация спектроскопических методов по энергии.
5. Классификация спектроскопических методов на основе спектра электромагнитного излучения (атомная, молекулярная, абсорбционная, эмиссионная спектроскопия).
6. Спектры атомов. Основные и возбужденные состояния атомов, характеристики состояний. Энергетические переходы. Правила отбора. Законы испускания и поглощения. Вероятности электронных переходов и времена жизни возбужденных состояний. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

7. Спектры молекул; их особенности. Схемы электронных уровней молекулы. Представление о полной энергии молекул как суммы электронной, колебательной и вращательной. Зависимость вида спектра от агрегатного состояния вещества.
8. Основные законы поглощения электромагнитного излучения (Бугера-Ламберта-Бера) и излучения (Ломакина-Шейбе).
9. Связь аналитического сигнала с концентрацией определяемого соединения.
10. Классификация спектральных приборов.
11. Характеристики спектральных приборов: дисперсия, разрешающая способность, светосила.
12. Приемники излучения: фотоэмульсия, фотоэлементы, фотоумножители, полупроводниковые приемники излучения. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум; оценка минимального аналитического сигнала.
13. Атомно-эмиссионный метод. Источники атомизации и возбуждения (атомизаторы). Их основные характеристики. Физические и химические процессы в атомизаторах.
14. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения.
15. Качественный и количественный анализ методом атомно-эмиссионной спектрометрии. Метрологические характеристики и аналитические возможности.
16. Метод эмиссионной спектрометрии пламени. Подготовка пробы к анализу, особенности введения пробы в пламена. Горелки и распылители.
17. Причины случайных и систематических погрешностей количественного анализа в газовой хроматографии.
18. Пламенные фотометры и спектрофотометры.
19. Атомно-флуоресцентный метод. Принцип метода; особенности и применение.
20. Атомно-абсорбционный метод. Атомизаторы (пламенные и непламенные).
21. Источники излучения (лампы с полым катодом, источники сплошного спектра, лазеры), их характеристики.
22. Возможности, преимущества и недостатки атомно-абсорбционного метода, его сравнение с атомно-эмиссионными методами (точность, избирательность, чувствительность, экспрессность).
23. Примеры практического применения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.
24. Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия). Сущность метода. Цвет и спектр.
25. Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Способы получения окрашенных соединений.
26. Фотометрические аналитические реагенты, требования к ним.
27. Функциональный анализ по колебательным и электронным спектрам.
28. Понятие о происхождении электронных спектров поглощения. Особенности электронных спектров поглощения органических и неорганических соединений.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		


Принципиальная схема получения спектра поглощения. Инструментальные погрешности; оптимальный интервал измеряемых значений оптической плотности.

29. Измерение высоких, низких оптических плотностей (дифференциальный метод).
30. Анализ многокомпонентных систем спектрофотометрическим методом.
31. Спектрофотометрия. Сущность метода, достоинства и недостатки. Погрешности спектрофотометрического анализа, их природа, устранение.
32. Приборы в спектрофотометрии. Применение метода для исследования реакций (комплексообразования, протолитических, агрегации), сопровождающихся изменением спектров поглощения.
33. Молекулярная люминесцентная спектроскопия. Классификация видов люминесценции по источникам; механизму и длительности свечения. Схема Яблонского. Закон Стокса-Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина.
34. Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции.
35. Спектральные и физико-химические помехи.
36. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода, сравнение с методом спектрофотометрии.
37. Методы рентгеновской спектроскопии. Рентгеновские спектры, их особенности. Способы генерации, монохроматизации и регистрации рентгеновского излучения.
38. Рентгеновские методы. Основные положения. Метрологические характеристики. Области применения.
39. Масс-спектрометрические методы. Основные положения. Идентификация и определение органических веществ; элементный и изотопный анализ. Хромато-масс-спектрометрия.
40. Общие представления о резонансных (ЭПР-, ЯМР-, Мессбауэровская спектроскопия) и ядерных методах. Метрологические характеристики. Области применения.


10. САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ

Содержание, требования, условия и порядок организации самостоятельной работы обучающихся с учетом формы обучения определяется в соответствии с «Положением об организации самостоятельной работы обучающихся», утвержденным Ученым советом УлГУ (протокол № 8/268 от 26.03.19 г.).


Форма обучения: очная.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		


№	Раздел, тема	Краткое содержание	Кол-во	Форма контроля
1	Метод эмиссионной спектроскопии пламени	Подготовка пробы к анализу, особенности введения пробы в пламена. Горелки и распылители. Пламенные фотометры и спектрофотометры	1	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение
2	Атомно-флуоресцентный метод	Принцип метода; особенности и применение. Лазерно-атомно-флуоресцентный анализ.	1	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене вопросов
3	Колебательная спектроскопия	Сравнительная характеристика ИК-спектроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния (КР-спектроскопии). Возможности ИК-спектроскопии в качественном, количественном и структурном анализе. Основные приборы, преимущества ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье. Основной закон светопоглощения в ИК-спектроскопии, чувствительность метода. Ограничения ИК-спектроскопии. Использование КР-спектроскопии в неорганическом и органическом анализе.	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене
Подготовка и сдача экзамена				
4	Спектроскопические методы анализа.	Спектр электромагнитного излучения. Основные типы взаимодействия вещества с излучением. Классификация спектроскопических методов по энергии. Классификация спектроскопических методов на основе спектра электромагнитного излучения. Явления, обусловленные корпускулярной и волновой природой света. Общие принципы аналитической оптической спектроскопии. Классификация спектров. Спектры атомов. Спектры молекул; их особенности. Основные законы поглощения электромагнитного излучения и излучения. Аппаратура. Классификация спектральных приборов. Инструментальные помехи. Шумы и отношение сигнал-шум; оценка минимального аналитического сигнала.	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

5	Атомно-эмиссионный метод.	Источники атомизации и возбуждения (атомизаторы). Их основные характеристики. Физические и химические процессы в атомизаторах. Спектральные и физико-химические помехи, способы их устранения. Качественный и количественный анализ методом атомно-эмиссионной спектрометрии. Метрологические характеристики и аналитические возможности.	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене
6	Атомно-абсорбционный метод.	Атомизаторы. Источники излучения, их характеристики. Возможности, преимущества и недостатки метода, его сравнение с атомно-эмиссионными методами. Примеры практического применения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного методов.	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене
7	Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия).	Сущность метода. Цвет и спектр. Связь химической структуры соединения с абсорбционным спектром. Способы получения окрашенных соединений. Фотометрические аналитические реагенты, требования к ним. Функциональный анализ по колебательным и электронным спектрам. Понятие о происхождении электронных спектров поглощения. Особенности электронных спектров поглощения органических и неорганических соединений. Инструментальные погрешности; оптимальный интервал измеряемых значений	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене
8	Молекулярная люминесцентная спектроскопия.	Классификация видов люминесценции по источникам; механизму и длительности свечения. Схема Яблонского. Закон Стокса-Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина. Факторы, влияющие на интенсивность люминесценции. Тушение люминесценции. Спектральные и физико-химические помехи. Количественный анализ люминесцентным методом. Метрологические характеристики и аналитические возможности метода, сравнение с методом	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене
9	Методы рентгеновской спектроскопии.	Рентгеновские спектры, их особенности. Способы генерации, монохроматизации и регистрации рентгеновского излучения. Рентгеновские методы. Основные положения. Метрологические характеристики. Области применения.	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

10	Масс-спектрометрические методы.	Основные положения. Идентификация и определение органических веществ; элементный и изотопный анализ. Хромато-масс-спектрометрия. Общие представления о резонансных (ЭПР-, ЯМР-, Мессбауэровская спектроскопия) и ядерных методах. Метрологические характеристики. Области	2	выборочная проверка во время аудиторных занятий; включение вопросов на экзамене
ИТОГО			18	

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

11. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

а) Основная литература

1. Гржегоржевский К.В. Основы молекулярной спектроскопии. Спектры оптического поглощения и люминесценции, применение в изучении полиоксометаллатных нанокластеров [Электронный ресурс] : учебное пособие / К.В. Гржегоржевский, А.А. Остроушко. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, ЭБС АСВ, 2015. — 212 с. — 978-5-7996-1652-6. — Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/66564.html>
2. Физико-химические методы анализа : учебное пособие для вузов / В. Н. Казин [и др.] ; под редакцией Е. М. Плисса. — Москва : Издательство Юрайт, 2021. — 201 с. — (Высшее образование). — ISBN 978-5-534-14964-7. — Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. — URL: <https://urait.ru/bcode/485733>


Дополнительная

1. Струнин В.И. Атомная спектроскопия [Электронный ресурс] : учебно-методическое пособие / В.И. Струнин, Н.Н. Струнина, Б.Т. Байсова. — Электрон. текстовые данные. — Омск: Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, 2013. — 104 с. — 978-5-7779-1653-2. — Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/24869.html>
2. Чичинин, А. И. Атомная и молекулярная спектроскопия : учебник / А. И. Чичинин. — Новосибирск : Новосибирский государственный университет, 2019. — 884 с. — ISBN 978-5-4437-0927-7. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <https://www.iprbookshop.ru/93805.html>

Учебно-методическая литература

1. Терехина Н. В. Основы атомной и молекулярной спектроскопии : методические указания для самостоятельной работы бакалавров направления подготовки 04.03.01 «Химия» / Н. В. Терехина; УлГУ, Экол. фак. - Ульяновск : УлГУ, 2019. - Загл. с экрана; Неопубликованный ресурс. - Электрон. текстовые дан. (1 файл : 795 КБ). - Текст : электронный. <http://lib.ulsu.ru/MegaPro/Download/MObject/6781>

Согласовано:

Начальник отдела НБ УлГУ / Окунева И.А.  **10.06.2021**
 Должность сотрудника научной библиотеки ФИО Подпись


в) Профессиональные базы данных, информационно-справочные системы

1. Электронно-библиотечные системы:

1.1. IPRbooks : электронно-библиотечная система : сайт / группа компаний Ай Пи Ар Медиа. - Саратов, [2021]. — URL: <http://www.iprbookshop.ru>. — Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.2. ЮРАЙТ : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Электронное издательство ЮРАЙТ. — Москва, [2021]. - URL: <https://urait.ru>. — Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.3. Консультант студента : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Политехресурс. — Москва, [2021]. — URL: <https://www.studentlibrary.ru/cgi-bin/mb4x>. — Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. — Текст : электронный.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

1.4. Консультант врача : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Высшая школа организации и управления здравоохранением-Комплексный медицинский консалтинг. – Москва, [2021]. – URL: <https://www.rosmedlib.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.5. Большая медицинская библиотека : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Букап. – Томск, [2021]. – URL: <https://www.books-up.ru/ru/library/>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.6. Лань : электронно-библиотечная система : сайт / ООО ЭБС Лань. – Санкт-Петербург, [2021]. – URL: <https://e.lanbook.com>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.7. **Znanium.com** : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Знаниум. - Москва, [2021]. - URL: <http://znanium.com> . – Режим доступа : для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.8. Clinical Collection : коллекция для медицинских университетов, клиник, медицинских библиотек // EBSCOhost : [портал]. – URL: <http://web.b.ebscohost.com/ehost/search/advanced?vid=1&sid=9f57a3e1-1191-414b-8763-e97828f9f7e1%40sessionmgr102> . – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный.

1.9. Русский язык как иностранный : электронно-образовательный ресурс для иностранных студентов : сайт / ООО Компания «Ай Пи Ар Медиа». – Саратов, [2021]. – URL: <https://ros-edu.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

2. КонсультантПлюс [Электронный ресурс]: справочная правовая система. /ООО «Консультант Плюс» - Электрон. дан. - Москва : КонсультантПлюс, [2021].

3. Базы данных периодических изданий:

3.1. База данных периодических изданий : электронные журналы / ООО ИВИС. - Москва, [2021]. – URL: <https://dlib.eastview.com/browse/udb/12>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный.

3.2. eLIBRARY.RU: научная электронная библиотека : сайт / ООО Научная Электронная Библиотека. – Москва, [2021]. – URL: <http://elibrary.ru>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный

3.3. «Grebennikon» : электронная библиотека / ИД Гребенников. – Москва, [2021]. – URL: <https://id2.action-media.ru/Personal/Products>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный.

4. Национальная электронная библиотека : электронная библиотека : федеральная государственная информационная система : сайт / Министерство культуры РФ ; РГБ. – Москва, [2021]. – URL: <https://нэб.рф>. – Режим доступа : для пользователей научной библиотеки. – Текст : электронный.


5. SMART Imagebase // EBSCOhost : [портал]. – URL: <https://ebsco.smartimagebase.com/?TOKEN=EBSCO-1a2ff8c55aa76d8229047223a7d6dc9c&custid=s6895741>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Изображение : электронные.

6. Федеральные информационно-образовательные порталы:

6.1. [Единое окно доступа к образовательным ресурсам](http://window.edu.ru) : федеральный портал / учредитель ФГАОУ ДПО ЦРГОП и ИТ. – URL: [http://window.edu.ru/](http://window.edu.ru) . – Текст : электронный.

6.2. [Российское образование](http://www.edu.ru) : федеральный портал / учредитель ФГАОУ ДПО ЦРГОП и ИТ. – URL: <http://www.edu.ru>. – Текст : электронный.

7. Образовательные ресурсы УлГУ:

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

7.1. Электронная библиотека УлГУ : модуль АБИС Мега-ПРО / ООО «Дата Экспресс». – URL: <http://lib.ulsu.ru/MegaPro/Web>. – Режим доступа : для пользователей научной библиотеки. – Текст : электронный.

Согласовано:

Зам.нач. УИТиТ

Должность сотрудника УИТиТ

Клочкова А.В.

ФИО



подпись

/ 17.06.2021

дата

12. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Учебная аудитория № 103 для проведения лабораторных занятий. Помещение укомплектовано комплектом ученической мебели на 16 посадочных мест. Технические средства: доска аудиторная, вытяжные шкафы, лабораторные столы. Рабочее место для преподавателя. Лабораторное оборудование: технические, торсионные и аналитические весы, термостаты, сушильные шкафы, калориметры, центрифуги, термометры, рН-метры, магнитные мешалки, наборы ареометров, водяные бани, рефрактометр, поляриметр, набор электродов для потенциометрического титрования, наборы химической посуды и химических реактивов, комплект таблиц. Площадь 44,03 кв. м

Приборная база ХАЛ НИТИ: Хромато-масс-спектрометр "Хроматэк-Кристалл 5000" с МСД -Анализатор жидкости (рН-метр/иономер лабораторный) «Эксперт-001-3» (0,1)» - Анализатор жидкости (рН-метр/иономер БПК-термооксиметр лабораторный) «Эксперт-001-4» (0,1)» - Анализатор жидкости (кондуктометр) «Эксперт -002-2-6-н» - Спектрометр эмиссионный с индуктивносвязанной плазмой ICAP-6500 Duo. - Пламенный фотометр ФПА – 2 – 01. - Спектрофотометр Unicо 2100. Рентгеновский анализатор БРА-17-02 - Аппарат рентгеновский для спектрального анализа «Спектроскан МАКС-GV». - Хроматограф «Хроматек- Кристалл 500, исполнение 2» - Портативный хроматограф «ФГХ – 1» Детектор ФИД. - Портативный хроматограф «ФГХ – 1-2» (ФИД-Аргон) - ГазоанализаторMRU Optima 7» - Аналитические весы Acculab Atilon ATL-220d4-I - Лабораторные весы Acculab VIC-510. Лабораторная посуда. Площадь 70,81 кв.м


Учебная аудитория для самостоятельной работы студентов 230 с доступом к ЭБС. для самостоятельной работы студентов, Wi-Fi с доступом к ЭИОС, ЭБС. Компьютерный класс укомплектованный специализированной мебелью на 32 посадочных мест и техническими средствами обучения (16 персональных компьютеров) с доступом к сети «Интернет», ЭИОС, ЭБС. Площадь 93,51 кв.м.

Читальный зал научной библиотеки (аудитория 237) с зоной для самостоятельной работы, Wi-Fi с доступом к ЭИОС, ЭБС. Аудитория укомплектована специализированной мебелью на 80 посадочных мест и оснащена компьютерной техникой с доступом к сети «Интернет», ЭИОС, ЭБС, экраном и проектором. Площадь 220,39 кв.м.

13. СПЕЦИАЛЬНЫЕ УСЛОВИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ

Обучающиеся с ОВЗ и инвалиды проходят практику совместно с другими обучающимися (в учебной группе) или индивидуально (по личному заявлению обучающегося).

Определение мест прохождения практики для обучающихся с ОВЗ и инвалидов осуществляется с учетом состояния здоровья и требований к их доступности для данной

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

категории обучающихся. При определении мест и условий (с учётом нозологической группы и группы инвалидности обучающегося) прохождения учебной и производственной практик для данной категории лиц учитываются индивидуальные особенности обучающихся, а также рекомендации медико-социальной экспертизы, отраженные в индивидуальной программе реабилитации, относительно рекомендованных условий и видов труда.

При определении места практики для обучающихся с ОВЗ и инвалидов особое внимание уделяется безопасности труда и оснащению (оборудованию) рабочего места. Рабочие места на практику предоставляются профильной организацией в соответствии со следующими требованиями:

- **для обучающихся с ОВЗ и инвалидов по зрению - слабовидящих:** оснащение специального рабочего места общим и местным освещением, обеспечивающим беспрепятственное нахождение указанным лицом своего рабочего места и выполнение индивидуального задания; наличие видеоувеличителей, луп;

- **для обучающихся с ОВЗ и инвалидов по зрению - слепых:** оснащение специального рабочего места тифлотехническими ориентирами и устройствами, с возможностью использования крупного рельефно-контрастного шрифта и шрифта Брайля, акустическими навигационными средствами, обеспечивающими беспрепятственное нахождение указанным лицом своего рабочего места и выполнение индивидуального задания;

- **для обучающихся с ОВЗ и инвалидов по слуху - слабослышащих:** оснащение (оборудование) специального рабочего места звукоусиливающей аппаратурой, телефонами для слабослышащих;


- **для обучающихся с ОВЗ и инвалидов по слуху - глухих:** оснащение специального рабочего места визуальными индикаторами, преобразующими звуковые сигналы в световые, речевые сигналы в текстовую бегущую строку, для беспрепятственного нахождения указанным лицом своего рабочего места и выполнения индивидуального задания;

- **для обучающихся с ОВЗ и инвалидов с нарушением функций опорно-двигательного аппарата:** оборудование, обеспечивающее реализацию эргономических принципов (максимально удобное для инвалида расположение элементов, составляющих рабочее место); механизмы и устройства, позволяющие изменять высоту и наклон рабочей поверхности, положение сиденья рабочего стула по высоте и наклону, угол наклона спинки рабочего стула; оснащение специальным сиденьем, обеспечивающим компенсацию усилия при вставании, специальными приспособлениями для управления и обслуживания этого оборудования.


Условия организации и прохождения практики, подготовки отчетных материалов, проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по практике обеспечиваются в соответствии со следующими требованиями:


- Объем, темп, формы выполнения индивидуального задания на период практики устанавливаются индивидуально для каждого обучающегося указанных категорий. В зависимости от нозологии максимально снижаются противопоказанные (зрительные, звуковые, мышечные и др.) нагрузки.

- Учебные и учебно-методические материалы по практике представляются в различных формах так, чтобы обучающиеся с ОВЗ и инвалиды с нарушениями слуха получали информацию визуально (документация по практике печатается увеличенным шрифтом; предоставляются видеоматериалы и наглядные материалы по содержанию практики), с нарушениями зрения – аудиально (например, с использованием программ-синтезаторов речи) или с помощью тифлоинформационных устройств.


Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет	Форма	
Ф-Рабочая программа по дисциплине		

– Форма проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации для обучающихся с ОВЗ и инвалидов устанавливается с учетом индивидуальных психофизических особенностей (устно, письменно, при помощи компьютера, в форме тестирования и т.п.). При необходимости обучающемуся предоставляется дополнительное время для подготовки ответа и (или) защиты отчета.

Разработчики:  доцент Н.В. Терёхина 16.06.2021

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет Ф - Рабочая программа дисциплины	Форма	
--	-------	--

ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ

№ п/п	Содержание изменения или ссылка на прилагаемый текст изменения	ФИО заведующего кафедрой, реализующей дисциплину/выпускающей кафедрой	Подпись	Дата
1	Внесение изменений в п.п. в) Профессиональные базы данных, информационно-справочные системы п. 11 «Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины» с оформлением приложения 1	Шроль О.Ю.		31.08.2022

Приложение 1

Профессиональные базы данных, информационно-справочные системы

1. Электронно-библиотечные системы:

1.1. Цифровой образовательный ресурс IPRsmart : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Компания «Ай Пи Ар Медиа». - Саратов, [2022]. – URL: <http://www.iprbookshop.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.2. Образовательная платформа ЮРАЙТ : образовательный ресурс, электронная библиотека : сайт / ООО Электронное издательство ЮРАЙТ. – Москва, [2022]. - URL: <https://urait.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.3. База данных «Электронная библиотека технического ВУЗа (ЭБС «Консультант студента») : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Политехресурс. – Москва, [2022]. – URL: <https://www.studentlibrary.ru/cgi-bin/mb4x>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.


1.4. Консультант врача. Электронная медицинская библиотека : база данных : сайт / ООО Высшая школа организации и управления здравоохранением-Комплексный медицинский консалтинг. – Москва, [2022]. – URL: <https://www.rosmedlib.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.5. Большая медицинская библиотека : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Букап. – Томск, [2022]. – URL: <https://www.books-up.ru/ru/library/> . – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.6. ЭБС Лань : электронно-библиотечная система : сайт / ООО ЭБС Лань. – Санкт-Петербург, [2022]. – URL: <https://e.lanbook.com>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

1.7. ЭБС Znanium.com : электронно-библиотечная система : сайт / ООО Знаниум. - Москва, [2022]. - URL: <http://znanium.com> . – Режим доступа : для зарегистрир. пользователей. - Текст : электронный.

1.8. Clinical Collection : научно-информационная база данных EBSCO // EBSCOhost : [портал]. – URL: <http://web.b.ebscohost.com/ehost/search/advanced?vid=1&sid=9f57a3e1-1191-414b-8763-e97828f9f7e1%40sessionmgr102> . – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный.

Министерство науки и высшего образования РФ Ульяновский государственный университет Ф - Рабочая программа дисциплины	Форма	
--	-------	--

1.9. База данных «Русский как иностранный»: электронно-образовательный ресурс для иностранных студентов : сайт / ООО Компания «Ай Пи Ар Медиа». – Саратов, [2022]. – URL: <https://ros-edu.ru>. – Режим доступа: для зарегистрир. пользователей. – Текст : электронный.

2. КонсультантПлюс [Электронный ресурс]: справочная правовая система. /ООО «Консультант Плюс» - Электрон. дан. - Москва : КонсультантПлюс, [2022].

3. Базы данных периодических изданий:

3.1. База данных периодических изданий EastView : электронные журналы / ООО ИВИС. - Москва, [2022]. – URL: <https://dlib.eastview.com/browse/udb/12>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный.

3.2. eLIBRARY.RU: научная электронная библиотека : сайт / ООО Научная Электронная Библиотека. – Москва, [2022]. – URL: <http://elibrary.ru>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный

3.3. Электронная библиотека «Издательского дома «Гребенников» (Grebinnikon) : электронная библиотека / ООО ИД Гребенников. – Москва, [2022]. – URL: <https://id2.action-media.ru/Personal/Products>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Текст : электронный.

4. Федеральная государственная информационная система «Национальная электронная библиотека» : электронная библиотека : сайт / ФГБУ РГБ. – Москва, [2022]. – URL: <https://нэб.рф>. – Режим доступа : для пользователей научной библиотеки. – Текст : электронный.

5. SMART Imagebase : научно-информационная база данных EBSCO // EBSCOhost : [портал]. – URL: <https://ebSCO.smartimagebase.com/?TOKEN=EBSCO-1a2ff8c55aa76d8229047223a7d6dc9c&custid=s6895741>. – Режим доступа : для авториз. пользователей. – Изображение : электронные.

6. Федеральные информационно-образовательные порталы:

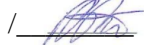
6.1. Единое окно доступа к образовательным ресурсам : федеральный портал . – URL: <http://window.edu.ru/> . – Текст : электронный.

6.2. Российское образование : федеральный портал / учредитель ФГАУ «ФИЦТО». – URL: <http://www.edu.ru>. – Текст : электронный.

7. Образовательные ресурсы УлГУ:

7.1. Электронная библиотечная система УлГУ: модуль «Электронная библиотека» АБИС Мега-ПРО / ООО «Дата Экспресс». – URL: <http://lib.ulsu.ru/MegaPro/Web>. – Режим доступа : для пользователей научной библиотеки. – Текст : электронный.

Согласовано:

Зам. начальника УИТиТ / Ключкова А.В. /  / 27.08.2022 г.
Должность сотрудника УИТиТ ФИО подпись дата