

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Кемеровский государственный университет»

Химический факультет

УТВЕРЖДАЮ

Декан
химического факультета
_____ / Мороз /
« 25 » _____ марта 2013 г.



Рабочая программа дисциплины
Аналитическая химия
«Физико-химические методы анализа»

для специальности 020101.65-Химия (цикл ОПД.Ф.2),

факультет	химический		
курс	4		
семестр	7		
лекции	36 часов	экзамен	7 семестр
лабораторные занятия	54 часа	зачет	7 семестр
самостоятельные занятия	179 часа		
Всего часов:	305		

Составитель: д.х.н., профессор Невоструев В.А.


Кемерово
2013

Рабочая программа дисциплины «Физико-химические методы анализа» федерального компонента цикла ОПД составлена в соответствии с ГОС ВПО второго поколения по специальности 020101 – Химия на основе типовой программы по дисциплине «Аналитическая химия», (индекс УМОУ – 01.08/19-90). При разработке настоящей программы учтены рекомендации рабочей комиссии по аналитической химии Федерации европейских химических обществ

Рабочая программа дисциплины
обсуждена на заседании кафедры аналитической химии

Протокол № 10 от « 18 » марта 2013 г.
Зав. кафедрой _____  О.Н. Булгакова

Одобрено методической комиссией химического факультета

Протокол № 7 от « 20 » марта 2013 г.
Председатель _____  О.Н. Булгакова

1. Пояснительная записка

Программа курса составлена с целью реализации ГОС ВПО при подготовке бакалавров химии и специалистов.

Курс «Физико-химические методы анализа», с одной стороны, является иллюстрацией использования фундаментальных положений науки в целях аналитической химии. С другой стороны, активизирует знания студентов по физике и строению вещества.

Задачей курса является установление взаимосвязи закономерностей взаимодействия излучения или потока частиц с веществами и молекулами со строением и составом последних. Эта взаимосвязь используется для идентификации и количественного определения элементного и молекулярного состава вещества. Физические методы, их внедрение в практику химического анализа увеличивают эффективность решения аналитических задач в химической технологии и научных исследованиях благодаря своей универсальности и возможности автоматизации и математизации.

Содержание курса является дополнением и углублением основного курса «Аналитическая химия», изучаемого в 3 и 4 семестрах, и включает, главным образом, спектроскопические методы.

Рассматриваются методы химического анализа, основанные на взаимодействии электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн (от радиоволн до гамма-излучения) с веществом. В каждом из методов уделяется внимание физическим основам и природу аналитического сигнала, взаимосвязь аналитического сигнала с качественным и количественным составом анализируемого объекта. Курс по существу посвящен рассмотрению различных вариантов спектральных методов: абсорбционных и эмиссионных, прямых и косвенных, физических и физико-химических.

В результате изучения курса студент должен:

- получить знания по теоретическим основам физико-химических методов анализа и областей их целесообразной применимости, исходя из характеристик того или иного метода;
- овладеть практическими навыками проведения анализа и обращения с приборами, знать их устройство и принцип работы;
- уметь выбирать метод анализа для решения конкретной аналитической задачи.

2. Тематический план

№ п/ п	Наименование тем или разделов	Объем часов					Формы контроля
		Об- щий	Аудиторная работа			Самостоя- тельная работа	
			Лек- ции	Практ.	Лабора- торные		
1	Введение. Обзор спектральных методов	6	4			2 Классифика- ция физико- химичес- ких методов	
2	Методы атомного спектрального анализа	38	8		18	12 Квантовая теория строения атома	Колок- виум
3	Рентгеновская спектроскопия и радиоактиваци- онный анализ	19	6		4	9 Законы радиоактив- ности	Колок- виум
4	Электронные спектры молекул. Фотометричес- кие методы анализа	42	10		18	14 Характерис- тики ЭМИ. Строение молекул	Колок- виум
5	Фотометричес- кое титрование	13	2		7	4 Косвенные методы анализа	Колок- виум
6	Люминесцент- ный анализ	19	4		7	8 Виды люминес- ценции	Колок- виум
7	Зачет	5	2			3	
8	Всего	144	36		54	52	

3. Содержание дисциплины

3.1. Содержание разделов курса

3.1.1. Введение. Виды излучений в диапазоне от радиоволн до гамма-излучения. Основные характеристики излучений. Кванты и частицы. Шкала энергии квантов и переходов в ядерной и электронной подсистемах. Классификация физических и физико-химических методов анализа. Спектральные методы.

3.1.2. Методы атомного спектрального анализа. Атомные спектры поглощения и испускания. Коэффициенты Эйнштейна. Квантовые числа атомов и символы электронных состояний. Правила отбора излучательных переходов в атомах. Резонансное поглощение. Аналитические линии. Аналитический сигнал.

Атомно-эмиссионный и флуоресцентный анализ. Способы возбуждения и атомизации. Особенности работы различных источников возбуждения спектров. Пламя. Процессы в пламени. Учет влияния посторонних примесей. Способы определения концентрации. Лазерные атомизаторы. Аппаратура для атомно-флуоресцентного и эмиссионного анализа.

Атомно-абсорбционная спектроскопия. Атомизаторы для ААС. Требования к источникам света. Измерительные схемы и аппаратура. Аналитические возможности и области применения.

3.1.3. Рентгеновская спектроскопия и радиоактивационный анализ.

Рентгеновская эмиссионная спектроскопия (РЭС). РЭС простых веществ и сплавов. Номенклатура линий спектров РЭС. Линии – сателлиты. Интерпретация РЭС простых веществ и идентификация элементов по РЭС. РЭС сложных молекул. Теорема Купманса. Сечения ионизации K- и L – уровней. Химический сдвиг K- и L – линий рентгеновских спектров. Возможности РЭС в количественном анализе. Принцип работы и устройство рентгенофлуоресцентных анализаторов (РФЛА). Недостатки метода РФЛА.

Фотоэлектронная спектроскопия (ФЭС). Схема внешней фотоэмиссии из молекул и кристаллов. Особенности аппаратного оформления методов ЭСХА и УФЭС. Источники излучения в методах ЭСХА (РФЭС) и УФЭС. Химический сдвиг в РФЭС. Физико-химическая информация, содержащаяся в спектрах ФЭС. Аналитические возможности, преимущества и недостатки методов ЭСХА и УФЭС.

Радиоактивационный метод анализа. Процессы возбуждения и релаксации ядер. Виды ядерных реакций. Зависимость сечения (n,γ)

реакций от энергии нейтронов и заряда ядра. Активность радиоактивного изотопа и ее зависимость от времени активации. Измерение радиоактивности. Идентификация элементов по спектру излучения и периоду полураспада. ПрО элементов в радиоактивационном методе анализа. Области применения и ограничения метода радиоактивационного анализа.

3.1.4. Электронные спектры молекул. Фотометрические методы анализа. Фотометрия в видимой и УФ областях спектра. Поглощение и излучение света однородными средами. Правила отбора оптических переходов в молекуле. Основные величины, характеризующие молекулярное поглощение и излучение. Связь между окраской вещества и спектром поглощения. Основные законы светопоглощения.

Спектрофотометрия. Условия выполнимости закона Бугера-Ламберта-Бера. Метрологические характеристики фотометрических методов анализа. Способы определения концентрации: использование точного значения молярного коэффициента поглощения и метод градуировочного графика. Химические и физические причины отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера. Количественный анализ смесей светопоглощающих веществ.

3.1.5. Фотометрическое титрование. Требования к реакциям, применяемым в фотометрическом титровании. Виды кривых титрования. Способы определения конечной точки титрования.

3.1.6. Люминесцентный анализ. Способы возбуждения и основные характеристики люминесценции. Схема процессов поглощения и дезактивации возбужденных состояний в фотолюминесценции. Основные законы фотолюминесценции. Связь между интенсивностью излучения и концентрацией люминесцирующего вещества. Влияние различных условий на квантовый выход.

Тушение люминесценции. Роль тушения в люминесцентном анализе. Способы прямого и косвенного количественного люминесцентного анализа. Люминесцентное титрование.

Аппаратура, используемая в фотометрическом и люминесцентном анализе. Источники и приемники света. Способы монохромирования. Типы фотометрических приборов.

3.2. Перечень лабораторных работ

1. Техника безопасности и общие указания по выполнению работ – 2 часа.
2. Пламенно-фотометрическое определение натрия – 6 часов.

3. Определение калия и кальция фотометрией пламени – 8 часов.
4. Устройство и принцип работы ААС – 4 часа.
5. Устройство и принцип работы РФЛА «Спектроскан» - 4 часа.
6. Фотометрическое определение хрома и марганца при совместном присутствии – 8 часов.
7. Фотометрическое определение железа в присутствии никеля – 6 часов.
8. Фотометрическое определение железа с сульфосалициловой кислотой – 6 часов.
9. Нефелометрическое определение ионов сульфата – 4 часа.
10. Спектрофотометрическое титрование сульфосалицилового комплекса железа – 10 часов.
11. Флуориметрическое определение родамина бж – 10 часов.

4. Список рекомендуемой учебной литературы

4.1. Основная литература.

1. Ганеев А. А. Атомно-абсорбционный анализ. 1-е изд. /Ганеев А. А., Шолупов С.Е., Пупышев А. А.,Большаков А. А.,Погарев С. Е. "Лань", 2011. -304 с.
http://lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=32&pl1_id=684
2. Лебухов В. И. Физико-химические методы исследования, 1-е изд/ В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова ."Лань",2012.- 480 с. ISBN:978-5-8114-1320-1.
http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4543
3. Невоструев, В.А. Теоретические основы спектральных методов в химии: Учеб. пособие / В.А.Невоструев. – Кемерово: Кузбассвузиздат, 2006. – 71 с.

4.2. Дополнительная литература.

1. Золотов, Ю.А. Основы аналитической химии / Методы химического анализа: Учеб. для вузов / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др.; под ред. Ю.А.Золотова. – М.: ВШ, 1999. – 461 с.
2. Вилков, Л.В. Физические методы исследования в химии: Учеб. для хим. спец. Вузов / Л.В.Вилков, Ю.А.Пентин. – М.: Мир: АСТ, 2003. – 683 с.
3. Невоструев, В.А. Теоретические основы спектральных методов в химии: Учеб. пособие / В.А.Невоструев. – Кемерово: Кузбассвузиздат, 2006. – 71 с.
4. Методические указания по выполнению каждой из перечисленных лабораторных работ.

- Зайдель, А.Н. Атомно-флуоресцентный анализ / А.Н.Зайдель. – Л.: Химия, 1983.
2. Брицке, М.Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ / М.Э.Брицке. – М.: Химия, 1982.
3. Тарасевич, Н.И. Руководство к практикуму по спектральному анализу / Н.И.Тарасевич. – М.: МГУ, 1977.
4. Боуэн, Г. Радиоактивационный анализ / Г.Боуэн, Д.Гиббсон. – М.: Атомиздат, 1968.
5. Лосев, Н.Ф. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа / Н.Ф.Лосев, А.Н.Смагунова. – М.: Химия, 1982.
6. Мазалов, Л.Н. Рентгеновская и рентгеноэлектронная спектроскопия молекул / Л.Н.Мазалов. – Новосибирск: НГУ, 1979.
7. Дорохова, Е.Н. Аналитическая химия, Физико-химические методы анализа / Е.Н.Дорохова, Г.В.Прохорова. – М.: ВШ, 1991.
8. Пешкова, В.М. Методы абсорбционной спектроскопии в аналитической химии / В.М.Пешкова, М.И.Громова. – М.: ВШ, 1976.
9. Бабко, А.К. Фотометрический анализ. Общие сведения и аппаратура. / А.К.Бабко, А.Т.Пилипенко. – М.: Химия, 1968.
10. Столяров, К.П. Введение в люминесцентный анализ неорганических веществ / К.П.Столяров, Н.Н.Григорьев. – Л.: Химия, 1967.
11. Головина, А.П. Химический люминесцентный анализ неорганических веществ / А.П.Головина, Л.В.Левшин. – М.: Химия, 1978.

4.3. Обеспеченность литературой.

Ганеев А. А. Атомно-абсорбционный анализ. 1-е изд ./Ганеев А. А., Шолупов С.Е., Пупышев А. А.,Большаков А. А.,Погарев С. Е. "Лань", 2011. -304 с. http://lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=32&pl1_id=684	
2. Лебухов В. И. Физико-химические методы исследования, 1-е изд/ В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова ."Лань",2012.- 480 с. ISBN:978-5-8114-1320-1. http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4543	
Невоструев, В.А. Теоретические основы спектральных методов в химии: Учеб. пособие / В.А.Невоструев. –	61

5. Формы текущего, промежуточного и рубежного контроля

5.1. Вопросы для индивидуальной и самостоятельной работы.

5.1.1. Введение. Классификация методов анализа. Физические и физико-химические методы анализа. Сравнение этих методов с химическими методами. Спектральные методы анализа. Сопоставление шкалы энергии ЭМИ с переходами в химических частицах.

5.1.2. Атомный спектральный анализ. Поглощение и испускание света атомами. Коэффициенты Эйнштейна и сила осциллятора. Электронные состояния атомов и их символы. Примеры. Правила отбора для излучательных переходов в атомах. Спектры поглощения и флуоресценции атомов.

Абсорбционные и эмиссионные методы атомного спектрального анализа. Общность и различия эмиссионных методов (РФЛА, АЭСА, АФЛА, ФП).

Способы атомизации и возбуждения. Особенности пламен как способа атомизации и возбуждения. Фотометрия пламени как аналитический метод. Атомно-абсорбционный анализ.

5.1.3. Основы рентгеновского флуоресцентного анализа. Классификация рентгеновских линий. Идентификация элементов по рентгеновским эмиссионным спектрам. Химсдвиг К- и L- линий. Количественный рентгенофлуоресцентный анализ.

Основы фотоэлектронной спектроскопии. Особенности РФЭС и УФЭС. Качественный и количественный анализ методом РФЭС (ЭСХА).

Основы радиоактивационного анализа. Способы активации ядер. Характеристики радиоактивного распада. Качественный радиоактивационный анализ. Способы определения вида излучений и периода полураспада. ПрО элементов. Количественный радиоактивационный анализ.

5.1.4. Характеристики электронных состояний многоатомных молекул и их номенклатура. Вероятности излучательных переходов между электронно-колебательными состояниями. Принцип и фактор Франка – Кондона. Правила отбора электронных переходов, сила осциллятора. Классификация и идентификация электронных переходов.

Характеристики спектров поглощения. Идентификация веществ по спектрам поглощения. Количественный фотометрический анализ. Закон Бугера – Ламберта - Бера. Молярный коэффициент поглощения и его значение в фотометрическом анализе. Причины отклонения от закона Бера. Другие источники ошибок.

5.1.5. Требования к реакциям, используемым в фотометрическом титровании. Примеры кривых титрования. Определение конечной точки титрования.

5.1.6. Классификация люминесценции молекул по способу возбуждения и механизму свечения. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Закон Стокса – Ломмеля. Правило Левшина.

Выход люминесценции. Зависимость его от различных факторов. Закон Вавилова. Тушение люминесценции.

Прямые методы количественного люминесцентного анализа. Сортовой анализ. Косвенные методы количественного люминесцентного анализа.

Аппаратура, используемая в фотометрическом и люминесцентном анализе. Источники и приемники света. Способы монохромирования.

5.2. Примерный перечень вопросов к экзамену.

1. Основные характеристики и виды излучений.
2. Классификация физико-химических методов анализа.
3. Классификация спектральных методов анализа по энергии используемых квантов и видам взаимодействия излучения с веществом.
4. Спектры поглощения и испускания атомов. Коэффициенты Эйнштейна.
5. Электронные состояния атомов. Правила отбора для излучательных переходов в атомах.
6. Общность и различия эмиссионных методов (РФЛА, АЭСА, АФЛА, ФП).
7. Атомно-абсорбционный анализ. Атомизаторы для ААС.
8. Основы рентгеновского флуоресцентного анализа. Идентификация элементов по рентгеновским эмиссионным спектрам.
9. Основы фотоэлектронной спектроскопии. Качественный и количественный анализ методом РФЭС (ЭСХА).

10. Основы радиоактивационного анализа. Качественный и количественный радиоактивационный анализ.
11. Электронные состояния многоатомных молекул и их номенклатура.
12. Классификация и идентификация электронных переходов в молекулах. Сила осциллятора.
13. Правила отбора электронных переходов. Принцип и фактор Франка – Кондона.
14. Характеристики спектров поглощения молекул. Идентификация веществ по спектрам поглощения.
15. Фотометрия как аналитический метод. Метрологические характеристики метода.
16. Молярный коэффициент поглощения и его значение в фотометрическом анализе.
17. Химические причины отклонения от закона Бера.
18. Физические причины отклонения от закона Бера.
19. Анализ смесей светопоглощающих веществ.
20. Фотометрическое титрование. Требования к реакциям.
21. Виды кривых фотометрического титрования. Определение конечной точки титрования.
22. Классификация люминесценции молекул по способу возбуждения и механизму свечения.
23. Закон Стокса – Ломмеля. Правило Левшина.
24. Выход люминесценции. Зависимость его от различных факторов. Закон Вавилова.
25. Внешнее тушение люминесценции. Его роль в люминесцентном анализе.
26. Внутреннее тушение люминесценции.
27. Связь между интенсивностью фотолюминесценции и концентрацией люминесцирующего вещества.
28. Прямые методы количественного люминесцентного анализа. Сортной анализ.
29. Косвенные методы количественного люминесцентного анализа.
30. Аппаратура, используемая в фотометрическом и люминесцентном анализе. Способы монохромирования.
31. Источники и приемники света. Измерение интенсивности излучений в фотометрических приборах.

