

## СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### **Лабораторный практикум**

Курс «Спектральные методы анализа» сопровождается практическими занятиями в студенческом химическом практикуме, основная цель которых – закрепление теоретических знаний, а также получение практических навыков при выполнении лабораторных работ. Организация лабораторных работ проводится таким образом, чтобы студенты научились самостоятельно решать поставленные задачи путем проведения экспериментальных исследований и квалифицированной обработкой полученных результатов.

<b>№</b>	<b>Тема лабораторной работы</b>	<b>Неделя</b>
ЛР1	Атомная – эмиссионная спектроскопия (АЭС).	3
ЛР 2	Атомно – абсорбционная спектроскопия (ААС).	4
ЛР3	СФ-анализ	5
ЛР4	Люминесцентный анализ	8
ЛР5	ИК-спектроскопия	7
ЛР6	Хромато- масс-спектрометрия	12
ЛР7	Термолинзовая спектроскопия	10
ЛР8	Термические методы анализа	14

### **Практические занятия**

призваны закрепить теоретические знания студентов и познакомить их с методами решения конкретных задач, возникающих при практическом применении химических знаний.

тематика практических занятий

<b>№</b>	<b>Тема</b>	<b>Неделя</b>
П1	Структура атомных и молекулярных спектров	1
П2	Характеристики спектральных линий	2
П3	Сравнение методов АЭС и ААС	4
П4	Статистическая обработка результатов анализа	3
П5	Спектрофотометрическая аппаратура	5
П6	Практическое применение СФ-анализа	6
П7	Люминесцентный анализ	8
П8	Идентификация и структурно- групповой анализ в ИК- спектроскопии	7
П9	Методы ЭПР и ЯМР	15, 16

## Основная литература

1. Васильева В.И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство. Учебн. пос., 1-е изд.-Лань-Трейд, 2014. - ISBN 978-5-8114-1638-7
2. Основы аналитической химии Кн 2. Методы химического анализа / Под ред Ю.А. Золотова, М. Выс. шк., 2004
3. Современные методы аналитической химии / М. Отто ,Москва 2003
4. Молекулярная спектроскопия: основы теории и практика: Учебное пособие / Под ред. проф. Ф.Ф. Литвина. - М.: НИЦ Инфра-М, 2013. - 263 с.: 60x88 1/16. - (Высшее образование: Бакалавриат). (обложка) ISBN 978-5-16-005727-9, (электронный ресурс - ЭБС ZNANIUM.COM)

## Дополнительная литература

1. **Пентин Ю.А.** Физические методы исследования в химии: Учебник для вузов (гриф) . - М.: Мир, 2006. - 683с.: ил. - (Методы в химии).
2. **Кремерс Д.А.** Лазерно-искровая эмиссионная спектроскопия / Кремерс Д.А., Радзиемски Л.Д. - : Техносфера, 2009. - (Мир физики и техники).
3. **Бёккер Ю.** Спектроскопия / Бёккер Юрген; Пер.с нем. Л.Н.Казанцевой под ред. А.А.Пупышева, М.В.Поляковой. - М.: Техносфера, 2009. - 528с.: ил. - (Мир химии). - Список фирм:с.523.
4. **Шмидт В.** Оптическая спектроскопия для химиков и биологов /Москва: Техносфера, 2007. – 368
5. Преч Э. Определение строения органических соединений: таблицы спектральных данных / Преч Эрнё, Бюльманн Филипп, Афвольтер Кристиан; Пер.с англ. Б.Н.Тарасевича. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний: Мир,
6. Сильверстейн Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений / Сильверстейн Роберт, Вебстер Фрэнсис, Кимл Дэвид; Пер.с англ. Н.М.Сергеева, Б.Н.Тарасевича. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. - 557с.: ил. - (Методы в химии). - Предм.указ.:с.546. - ISBN 978-5-94774-392-0.
7. Воронов В.К. Парамагнитные комплексы в спектроскопии ЯМР высокого разрешения / Воронов Владимир Кириллович, Подоплелов Алексей Витальевич. - М.: Либроком, 2014. - 256с. - ISBN 978-5-397-04185-0.
8. Коваленко В.И., Диденко Т.Л., Нестеров А.В. Идентификация веществ в смеси методом инфракрасной спектроскопии: Методические указания Издательство: КГТУ, 2006 г. (База Книгафонд)
9. Ганеев А.А. Атомно-абсорбционный анализ. Учебн. пос., 1-е изд.-Лань-Трейд, 2011. - ISBN 978-5-8114-1117-7(

### Журналы:

Вестник Московского университета. Серия 2: Химия

### ЭБС и БД на основе лицензионных соглашений с университетом Дубна

Журналы Американского химического общества (ACS)

Электронная библиотека диссертаций РГБ

Elibrary.ru. Научная электронная библиотека (РУНЭБ)

Royal Society of Chemistry

Наукометрические и реферативные базы данных

SCIENCE INDEX на основе данных РИНЦ  
Scopus  
Web of Science

### Электронно-библиотечные системы

ЭБС "КнигаФонд"  
ЭБС "Лань"  
ЭБС "Университетская библиотека онлайн"  
ЭБС НЭЛБУК  
ЭБС Znanium.com

### Журналы, газеты on-line

Вестник Московского университета. Сер.2. Химия  
Вестник Московской государственной академии тонкой химической технологии им.М.В.Ломоносова  
Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология  
Мембраны  
Российский химический журнал  
Успехи химии

### Ресурсы Интернет

Аналитическая химия в России  
Ресурсы WWW для химиков  
ХиМиК.ru  
Химический сервер  
[Химический ускоритель](#)

### Библиографические базы данных

[Базы данных ИНИОН](#)  
[Всероссийский институт научной и технической информации \(ВИНИТИ\)](#)

### Российские библиотеки

1. Российская Государственная Библиотека (РГБ)
2. Российская национальная библиотека (РНБ), г. Санкт-Петербург
3. Библиотека по естественным наукам РАН (БЕН РАН)
4. Государственная публичная научно-техническая библиотека (ГПНТБ)
5. Научно-техническая библиотека ОИЯИ
6. Научная библиотека МГУ им. М. В. Ломоносова
7. Библиотека университета «Дубна

### Формы контроля

**Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины и учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов**

Вид контроля	Форма учебной работы
Текущий	Лабораторный практикум
	Работа по индивидуальному заданию
	Практические занятия
Обобщающий	Устный опрос
	Контрольная работа
Итоговый	Устный экзамен

Для обобщающей аттестации студентов выполняется 1 письменная контрольная работа по основным разделам (модулям) дисциплины.

### **Контрольные работы**

№	Тема работы	неделя
КР 1	обобщающая	12

### **Организация самостоятельной работы**

Самостоятельная работа студентов предполагается в виде:

- изучения отдельных вопросов тематического плана дисциплины;
- подготовка докладов, сообщений, рефератов по проблемным задачам предмета с привлечением знаний, полученных из теоретического лекционного курса и рекомендованной учебной литературы;
- подготовка к практическим занятиям и лабораторным работам;
- выполнение работы по индивидуальному заданию
- подготовка к экзамену

### **Перечень примерных контрольных вопросов и заданий для самостоятельной работы:**

1. Что такое электромагнитный спектр? Приведите примеры электромагнитного спектра испускания и поглощения. Чем характеризуется спектральная линия
2. Области электромагнитных волн. Какие диапазоны используются в эмиссионных методах анализа.
3. Области электромагнитных волн. Какие диапазоны используются в абсорбционных методах анализа.
4. Принципиальная оптическая схема прибора с пространственным разделением длин волн.
5. В чем отличие Фурье спектрометра от других анализаторов спектра
6. Блок схема эмиссионного прибора. Важнейшие характеристики основных узлов прибора. Какие величины измеряются.
7. Блок схема абсорбционного прибора. Двухлучевой и однолучевой приборы. Какие величины измеряются.
8. Блок схема люминесцентного прибора. В чем его отличие от абсорбционного прибора.
9. Какие величины служат количественной мерой интенсивности в спектрах испускания и поглощения?
10. Почему любая спектральная линия имеет конечную ширину? Укажите по крайней мере три причины, обуславливающие уширение спектральных линий.
11. Укажите основные характеристики спектральной линии. В каком диапазоне длин волн применяются методы атомно – эмиссионного анализа вещества.
12. Укажите специфические особенности лампы с полым катодом, как источника излучения. В каких методах анализа используется лампы с полым катодом?
13. В каких методах анализа используют пламя? Для определения каких элементов и почему?
14. От каких параметров зависит разрешение спектрального прибора? Сформулируйте критерий Рэлея разрешения двух спектральных линий.
15. Перечислите основные способы монохроматизации излучения. Почему это нужно делать в оптических методах (приведите примеры)
16. Что характеризуют линейная дисперсия прибора? Поясните схемой прибора.
17. Какие устройства могут служить приемниками излучения (детекторами)?
18. Объясните, почему в атомно-эмиссионном спектральном анализе интенсивность аналитической линии измеряют относительно некоторой линии сравнения?
19. Приведите эмпирическую зависимость относительной интенсивности от концентрации определяемого элемента (формула Ломакина — Шайбе). Каков физический смысл параметров, входящих в указанную зависимость?
20. Сформулируйте специфические особенности пламени? Какие процессы происходят при попадании пробы в пламя.
21. Сравните воспроизводимость атомно- эмиссионного и атомно – абсорбционного методов. Какая фундаментальная причина объясняет разницу этих величин.

22. В чем разница в конструкциях горелок используемых в атомно-эмиссионных и атомно-абсорбционных методах и почему.
23. Представьте схему электротермического атомизатора. Какие условия работы атомизатора? Приведите вид температурной программы работы атомизатора.
24. Что такое явление самопоглощения спектральной линии (схема). В каких методах анализа это явление проявляется?
25. Нарисуйте калибровочный график для атомно-эмиссионного анализа. Объясните отдельные участки представленного Вами графика.
26. Какова температура в зоне горелки с ИСП? Как изменяется температура по высоте над рабочей катушкой?
27. Перечислите типичные зоны в ИСП.
28. К чем отличие спектрофотометрии от атомно-абсорбционного метода анализа вещества.
29. Нарисуйте блок схему спектрофотометра объясните предназначение отдельных узлов прибора.
30. Где используются методы ИК-спектроскопии. Приведите основные аналитические характеристики.
31. Основной закон светопоглощения, используемой в спектрофотометрии. Молярный коэффициент поглощения (определения), зависит ли он от длины волны используемого излучения.
32. Какой закон используется для определения концентрации в одном растворе нескольких типов светопоглощающих частиц. Объясните, как это делается на практике.
33. Что такое цветная реакция. Зачем нужно проводить цветные реакции. Приведите пример
34. Воспроизводимость результатов измерения оптической плотности. Вывод формулы. Какие при этом делаются допущения.
35. Нарисуйте график зависимости относительно погрешности оптической плотности от величины оптической плотности (укажите при каких предположениях Вы нарисовали этот график).
36. От чего зависит селективность спектрофотометрических определений.
37. ИК – спектр и КР- спектр дайте определение. Чем они отличаются и что общего в формировании.
38. Какие задачи мы можем решить с помощью методов молекулярной колебательно-спектральной спектроскопии.
39. Что такое нормальные колебания молекулы, как они подразделяются.
40. Что такое характеристическая частота колебаний. Для чего используются характеристические частоты.
41. Как происходит идентификация неизвестного вещества по ИК – спектрам
42. Блок схема ИК- фотометра для мониторинга газов (на примере CO)
43. Блок схема интерферометра Майкельсона.
44. Эффект комбинационного рассеяния. Какая доля частиц света от падающих участвует в этом эффекте.
45. Каков механизм возникновения КР – спектра.
46. Что такое стоксова и антистоксова полоса в спектре КР. Как они возникают.
47. Блок схема КР – спектрометра с лазерным возбуждением.
48. Почему можно проводить количественный анализ по КР – спектрам.
49. Блок схема установки для дистанционного зондирования загрязнений в атмосфере.
50. Определение люминесценции. Как можно классифицировать методы люминесценции.
51. Что такое фотолюминесценция. Как она подразделяется. Что такое хемилюминесценция.
52. Приведите пример.
53. Опишите механизмы возбуждения при флуоресценции и фосфоресценции.
54. Расскажите, как происходит безизлучательная дезактивация молекул в фотолюминесценции
55. Чем отличается излучательная дезактивация молекул флуоресценции и фосфоресценции.
56. Особенности спектров поглощения и флуоресценции молекул
57. Квантовый выход фотолюминесценции. Почему с помощью фотолюминесценции мы можем проводить количественный анализ вещества.
58. Блок схема спектрофлуориметра.
59. Определение фотолюминесценция оксида азота хемилюминесцентным методом

60. На каких физических явлениях базируется метод фотоакустической спектроскопии Как измеряют сигнал в этом методе?
61. Перечислите основные достоинства и недостатки метода фотоакустической спектроскопии
62. В чем причины схожести фотоакустических и абсорбционных спектров?
63. Существуют ли специфические особенности при измерении фотоакустических спектров жидких и твердых образцов?
64. Изменение какого физического параметра регистрируют в методах термооптической спектроскопии? В чем отличие данных методов от фотоакустической спектроскопии Что в них общего?
65. Какое свойство лазерного излучения лежит в основе аналитической термооптической спектроскопии? Почему? Какие другие характеристики лазерного излучения также важны в термооптической спектроскопии?
66. Перечислите основные элементы оптической схемы в термооптическом эксперименте. Перечислите основные аналитические методы термооптической спектроскопии.
67. В чем преимущество термооптической спектроскопии перед традиционной спектрофотометрией?
68. Сформулируйте принцип электроиндуцированной термолинзовой спектроскопии. Как реализуется данный метод исследования вещества?
69. Назовите основные достоинства и недостатки термооптической спектроскопии в химическом анализе и исследовании вещества.
70. Принцип термических методов анализа вещества.
71. . Какие термические эффекты наблюдаются при взаимодействии вещества с тепловой энергией?
72. Какую информацию можно получить с помощью термогравиметрии?
73. Какие преимущества дает использование производимых при записи кривых ТГ и ТА?
74. Как влияет скорость изменения  $T$  на форму термогравиграмм?
75. О чем свидетельствует линейная зависимость  $T$  от времени нагревания при термическом анализе?
76. Как изменяется температура образца относительно эталона при экзотермических и эндотермических процессах?
77. Приведите примеры использования ДТА.
78. Отметьте сходство и различие в методах ДТА и ДТГ.
79. Охарактеризуйте принцип работы дериватографа.
80. В каких координатах изображают термотитриметрические кривые?
81. Какие приборы используют для измерения температуры?
82. Что такое катарометрия? Где используется этот метод ?
83. Нарисуйте блок схему установки ЭПР.
84. Отличаются ли релаксационные процессы в спин-резонансных методах от остальных спектроскопических методов?
85. Чем обусловлена ширина линии в ЭПР-спектрах?
86. Чем обусловлена сложность спектров ЭПР?
87. В каких областях химии координационных соединений целесообразно использовать метод ЭПР? Какую информацию можно получить?
88. Для решения каких вопросов химии перспективно применение метода ЯМР?
89. Назовите стандарты, используемые в методе ЯМР.
90. Почему метод ЯМР перспективен для идентификации сложной смеси органических соединений?
91. В каких областях химии целесообразно использование масс-спектрометрического метода?
92. Нарисуйте принципиальную схему масс- спектрометра.
93. Какие существуют способы ионизации атомов и молекул?
94. На каких принципах основано разделение ионов в масс – спектрометре?
95. Можно ли разделить ионы с одинаковым отношением  $m/z$  ?
96. В чем особенность масс- спектрометрического анализа органических соединений?
97. Что такое фрагментация органических веществ?
98. Каким образом можно определить молекулярную массу и структуру органических соединений масс – спектрометрическим методом?
99. Принцип хромато- масс – спектрометрии.

100. Каковы преимущества хромато – масс- спектрометрии по сравнению с обычным масс-спектрометрическим методом?
101. Зачем необходимы локальные методы анализа твердых веществ?
102. Опишите принцип выполнения локального анализа вещества.
103. Какие первичные энергетические пучки могут быть использованы для локального воздействия на вещество?
104. Как можно зарегистрировать аналитический сигнал от анализируемого вещества?
105. Чем определяется локальность анализа?
106. Сравните известные Вам методы локального анализа вещества.

### Вопросы к экзамену

1. Перечислите и опишите особенности колебательной спектроскопии, обусловившие ее значимость для химии.
2. На какие четыре части делят спектральный ИК-диапазон и какую информацию можно получить, работая в этих диапазонах?
3. Сравните способы генерации аналитического сигнала в ИК-, КР- и УФ/вид. спектроскопии.
4. Изобразите и опишите основные узлы современных ИК- и КР-спектрометров.
5. Опишите принцип действия интерферометра Майкельсона.
6. Сравните основные узлы спектрометров с монохроматорами для работы в ИК - и УФ/виддиапазонах.
7. Опишите основные принципы молекулярной флуоресценции, фосфоресценции и хемиллюминесценции.
8. В чем теоретическое отличие процессов флуоресценции и фосфоресценции? Каковы преимущества и недостатки методов, основанных на измерении флуоресценции и фосфоресценции?
9. Приведите схему спектрофотометра для измерения а) фотолюминесценции б) хемиллюминесценции.
10. Нарисуйте принципиальную схему масс- спектрометра. Опишите назначения отдельных узлов масс- спектрометра. Что регистрирует масс-спектрометр?
11. Какие способы ионизации вещества Вам известны?
12. Какие способы разделения ионов существуют? Приведите примеры.
13. Помечу очень сложно (практически невозможно) проводить анализ органической смеси с использованием ионизации вещества электронным ударом?
14. Хромато масс- спектрометрия – принцип, основные узлы, достоинства.
15. Термические методы исследования вещества.
16. Фотоакустический метод исследования вещества.
17. Термолинзовая спектроскопия – принцип метода, его сравнение с другими методами. Какими способами можно получить термолинзу?
18. Зачем необходимы локальные методы анализа твердых веществ? Принцип выполнения локального анализа твердых тел.
19. Нарисуйте блок схему установки ЭПР и ЯМР. В чем их отличие этих методов?
20. Чем можно охарактеризовать спектр ЯМР? Назовите стандарты, используемые в методе ЯМР.
21. В каких областях химии координационных соединений целесообразно использовать метод ЭПР? Какую информацию можно получить?
22. Для решения каких вопросов химии перспективно применение метода ЯМР?

## МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОРГАНИЗАЦИИ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ

Рабочей программой дисциплины «Спектральные методы анализа» предусмотрена самостоятельная работа по индивидуальному заданию.

Самостоятельная работа проводится с целью углубления знаний по дисциплине и предусматривает:

- изучение отдельных разделов тем дисциплины
- чтение студентами рекомендованной литературы и усвоение теоретического материала дисциплины;
- подготовку к практическим занятиям;
- работу с Интернет-источниками;
- подготовку к различным формам контроля.

Программой дисциплины предусмотрено выполнение лабораторных работ. Для выполнения лабораторных работ необходимо получить у преподавателя индивидуальное задание, произвести все необходимые расчеты, получить допуск к работе.

Кроме этого, запланировано выполнение работ по индивидуальным заданиям. Каждое задание после выполнения работы необходимо защитить.

Планирование времени на самостоятельную работу, необходимого на изучение настоящей дисциплины, студентам лучше всего осуществлять на весь семестр, предусматривая при этом регулярное повторение пройденного материала. Материал, законспектированный на лекциях, необходимо регулярно дополнять сведениями из литературных источников, представленных в рабочей программе.

По каждой из тем для самостоятельного изучения, приведенных в рабочей программе следует сначала прочитать рекомендованную литературу и при необходимости составить краткий конспект основных положений, терминов, сведений, требующих запоминания и являющихся основополагающими в этой теме и для освоения последующих разделов курса.

Для расширения знаний по дисциплине рекомендуется использовать Интернет-ресурсы: проводить поиск в различных системах и использовать материалы сайтов, рекомендованных преподавателем на лекционных занятиях.

## МАТЕРИАЛЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ПРИ КОНТРОЛЕ ЗНАНИЙ СТУДЕНТОВ

1. Написание отчета и подготовка к защите лабораторной работы.
2. Защита лабораторной работы
3. доклады по отдельным разделам дисциплины
4. Проверка и приём работы по индивидуальному заданию
5. Устный опрос на семинаре

## МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ПРЕПОДАВАТЕЛЕЙ

Методическая модель преподавания дисциплины основана на применении активных методов обучения. Принципами организации учебного процесса являются:

- выбор методов преподавания в зависимости от различных факторов, влияющих на организацию учебного процесса;
- объединение нескольких методов в единый преподавательский модуль в целях повышения эффективности процесса обучения;
- активное участие слушателей в учебном процессе;
- проведение практических занятий, определяющих приобретение навыков решения проблем;
- приведение примеров применения изучаемого теоретического материала к реальным практическим ситуациям.

Используемые методы преподавания: лекционные занятия с использованием мультимедиа презентаций; индивидуальные и групповые задания при проведении практических занятий.

Для более глубокого изучения предмета преподаватель предоставляет студентам информацию о возможности использования Интернет-ресурсов по разделам дисциплины.

Содержание практических занятий определяется календарным планом, который составляется преподавателем, проводящим занятия на основе рабочей программы дисциплины и утверждается заведующим кафедрой и проректором по учебной работе.

При наличии академических задолженностей по практическим занятиям, связанных с их пропусками преподаватель выдает задание студенту в виде реферата по пропущенной теме занятия.

Для контроля знаний студентов по данной дисциплине необходимо проводить текущий и промежуточный контроль.

Текущий контроль выполняется в виде приема допусков и защит лабораторных и работ по индивидуальным заданиям, устного опроса на практических занятиях.

Промежуточный контроль проводится в виде экзамена.