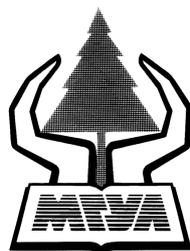


Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ЛЕСА»

А.Н. Иванкин, А.В. Куликовский, В.А. Беляков

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДАМ АНАЛИЗА**

Рекомендовано к изданию Редакционно-издательским советом
университета в качестве учебно-методического пособия для студентов
направлений подготовки – Химическая технология и
Стандартизация и метрология



Москва
Издательство Московского государственного университета леса
2016

УДК 546
И18

Разработано в соответствии с ФГОС ВО на основе примерной программы дисциплины "Аналитическая химия"

Рецензент: доцент кафедры химии и биотехнологии
лесного комплекса Жилин Ю.Н.

Работа подготовлена на кафедре химии и биотехнологии
лесного комплекса и кафедре стандартизации и сертификации

Иванкин, А.Н.

П18 Аналитическая химия. Лабораторные работы по спектрометрическим методам анализа: учеб.-методич. пособие /А.Н. Иванкин, А.В. Куликовский, В.А. Беляков. – М.: ФГБОУ ВПО МГУЛ, 2016. – 20 с.

В учебно-методическом пособии представлены варианты лабораторных работ по спектрометрическим методам, применяемым в аналитической химии, предназначенные для выполнения студентами технических специальностей.

Рекомендуется для студентов очной, очно-заочной, вечерней и дистанционной форм обучения МГУЛ.

УДК 546
И 18

Учебное издание

Иванкин Андрей Николаевич
Куликовский Андрей Владимирович
Беляков Владимир Алексеевич

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДАМ АНАЛИЗА**

В авторской редакции

Компьютерный набор и верстка авторов

По тематическому плану внутривузовских изданий учебной литературы на 2016 год. Поз. доп.

Подписано в печать 20.04.2016 Формат 60х90/16 Бумага 80 г/м²
Гарнитура "Таймс". Ризография. Усл. печ. л. 1,25. Тираж 100 экз. Заказ N

Издательство Московского государственного университета леса. 141005. Мытищи – 5,
Московская обл., 1-я Институтская, 1, МГУЛ
E-mail: izdat@mgul. ac. ru

© А.Н. Иванкин, А.В. Куликовский, В.А. Беляков, 2016
© ФГБОУ ВПО МГУЛ, 2016

УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ПРАКТИКУМ

Лабораторные работы

Работа 1. *Фотометрическое определение марганца в виде перманганата методом градуировочного графика*

Метод основан на измерении светопоглощения водного раствора KMnO_4 , обладающего интенсивной малиново-розовой окраской. Раствор перманганата калия максимально поглощает свет в области длин волн $\lambda \approx 460 - 580$ нм. Минимальное определяемое количество $\text{Mn} - 0,2$ мкг/мл. Закон поглощения соблюдается до 70 мкг/мл Mn .

Работу проводят на колориметре фотоэлектрическом концентрационном КФК-2.

Методика работы на приборе. Колориметр включают в сеть за 15 мин до начала измерений. Во время прогрева кюветное отделение должно быть открыто (при этом шторка перед фотоприемниками перекрывает световой пучок). Ручкой 3 (см. рис. 1.1) вводят необходимый по роду измерения цветной светофильтр. Устанавливают минимальную чувствительность прибора. Для этого ручку 5 «чувствительность» ставят в положение «1», ручку 6 «установка 100 грубо» – в крайнее левое положение. Перед измерениями и при переключении фотоприемников проверяют установку стрелки микроамперметра на «0» по шкале коэффициентов пропускания T при открытом кюветном отделении. При смещении стрелки от нулевого положения ее подводят к нулю с помощью потенциометра «нуль», выведенного под шлиц.

В световой поток вводят кювету с растворителем или контрольным раствором, по отношению к которому производят измерения. Закрывают крышку кюветного отделения. Ручками «чувствительность», «установка 100 грубо» и «точно» устанавливают нуль по шкале оптической плотности. Ручка «чувствительность» может находиться в одном из трех положений: 1, 2 или 3.

Поворотом ручки 4 кювету с раствором сравнения заменяют на кювету с исследуемым окрашенным раствором. Снимают отсчет по шкале микроамперметра в единицах оптической плотности.

Измерения проводят 3 – 5 раз и окончательное значение измеренной оптической плотности определяют как среднее арифметическое из полученных значений.

Приборы и материалы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Набор кювет для фотометрирования.

Мерная колба емкостью 100 мл.

Мерные колбы емкостью 50 мл, 7 шт.

Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5, 10 мл.

Стандартный раствор перманганата калия с концентрацией марганца, равной 1 мг/мл, готовят растворением 1,436 г KMnO_4 в дистиллированной воде в мерной колбе емкостью 500 мл. Перед применением 10 мл раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 мл в мерной колбе. Раствор содержит 0,1 мг марганца в 1 мл.

Приготовление эталонных растворов. Готовят шесть эталонных (стандартных) растворов, содержащих 2, 4, 5, 10, 15, 20 мкг/мл Mn. Для этого в мерные колбы емкостью 50 мл помещают последовательно 1; 2; 2,5; 5; 7,5; 10 мл раствора KMnO_4 с концентрацией марганца 0,1 мг/мл, доводят объем каждого раствора до 50 мл дистиллированной водой и перемешивают.

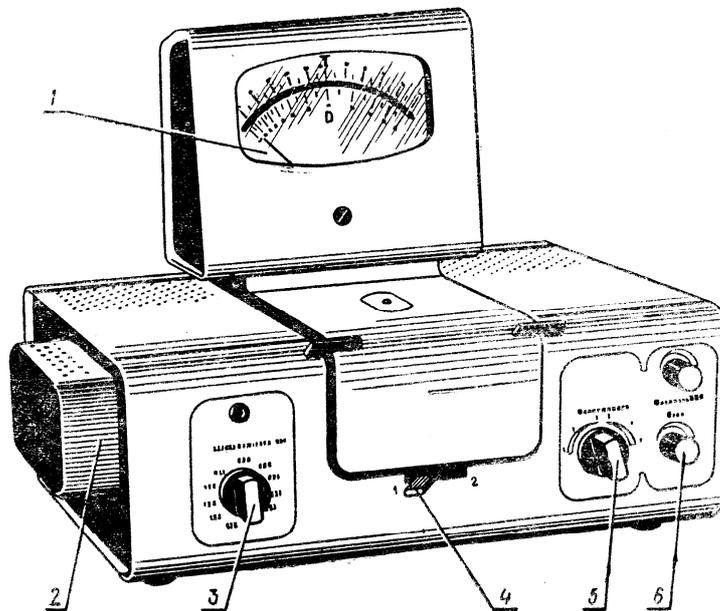


Рис. 1.1. Внешний вид КФК-2:

1 – микроамперметр; 2 – источник света; 3 – ручка установки светофильтра; 4 – ручка перестановки кювет; 5 – ручка установки чувствительности прибора; 6 – ручка «установка 100 грубо»

Выполнение работы. В ы б о р с в е т о ф и л ь т р а. Для выбора светофильтра измеряют оптическую плотность стандартного раствора максимальной концентрации на всех светофильтрах. Ставят ручку 3 (см. рис. 4.1) последовательно на значения: 315, 364, 400 и т. д. Причем, когда ручка 3 стоит на отметках, обозначенных черным цветом, ручку 5 «чувствительность» устанавливают в одно из положений: «1», «2», «3»,

отмеченных на шкале также черным цветом. Аналогично поступают при положении на красных отметках. Полученные данные заносят в таблицу:

λ , нм	315	364	400	440	490	540	590	620	750
A									

Строят спектр светопоглощения в координатах: оптическая плотность (A) – длина волны, λ . Для дальнейшей работы выбирают светофильтр, соответствующий наибольшему значению поглощения исследуемого раствора.

В ы б о р к ю в е т ы. Измеряют оптическую плотность эталонного раствора максимальной концентрации на выбранном светофильтре в различных кюветах. Дальнейшую работу проводят в такой кювете, в которой оптическая плотность данного раствора близка к единице.

П о с т р о е н и е г р а д у и р о в о ч н о г о г р а ф и к а. После выбора условий фотометрирования измеряют последовательно поглощение всех стандартных растворов, используя в качестве раствора сравнения воду. Полученные данные заносят в таблицу:

C , мкг/мл	2	4	5	10	15	20
A						

Строят градуировочный график в координатах: концентрация – оптическая плотность.

О п р е д е л е н и е с о д е р ж а н и я м а р г а н ц а в а н а л и з и р у е м о м р а с т в о р е. Полученный у преподавателя раствор с неизвестным содержанием марганца разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 50 мл до метки и тщательно перемешивают. Измеряют оптическую плотность анализируемого раствора в тех же условиях и, пользуясь градуировочным графиком, находят концентрацию марганца в анализируемом растворе.

Р а б о т а 2. Фотометрическое определение хрома в виде дихромата методом сравнения

Для определения хрома используется светопоглощение ионами дихромата $Cr_2O_7^{2-}$. Измеряют оптические плотности стандартного раствора известной концентрации и исследуемого раствора. Максимальное поглощение света растворами дихромата наблюдается при 400 – 450 нм.

Чувствительность метода – 2 мкг/мл при толщине поглощающего слоя раствора 30 мм.

Работу проводят на колориметре фотоэлектрическом концентрационном КФК-2.

Приборы и материалы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Набор кювет для фотометрирования.

Мерные колбы емкостью 50 мл, 3 – 4 шт.

Пипетки мерные вместимостью 2, 5 и 10 мл.

Стандартный раствор дихромата калия. Растворяют 0,3523 г $K_2Cr_2O_7$ в воде и раствор доводят дистиллированной водой до метки в мерной колбе емкостью 500 мл. Стандартный раствор содержит 0,25 мг хрома в 1 мл.

Приготовление эталонных растворов. Готовят три эталонных (стандартных) раствора, содержащих 10; 20; 30 мкг/мл Cr. Для этого в мерные колбы емкостью 50 мл помещают соответственно 2; 4; 6 мл раствора $K_2Cr_2O_7$ с концентрацией хрома 0,25 мг/мл, доводят объем каждого раствора до 50 мл дистиллированной водой и перемешивают.

Выполнение работы. Выбор светофильтра и рабочей кюветы производят так же, как в работе 4.1.1.

О п р е д е л е н и е с о д е р ж а н и я х р о м а в а н а л и з и р у е - м о м р а с т в о р е. Полученный у преподавателя раствор с неизвестным содержанием хрома разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 50 мл до метки и тщательно перемешивают.

Оптические плотности анализируемого и стандартного растворов измеряют по отношению к холостому раствору (дистиллированной воде) в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 мм, применяя синий светофильтр ($\lambda \approx 400$ нм). Измерения проводят несколько раз и по средним значениям оптической плотности вычисляют концентрацию исследуемого раствора. Концентрацию элемента в исследуемом растворе C_x определяют по формуле:

$$C_x = C_{cm} \frac{A_x}{A_{cm}},$$

где C_{cm} – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

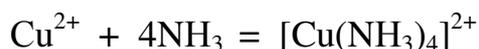
A_{cm} – оптическая плотность стандартного раствора;

A_x – оптическая плотность анализируемого раствора.

При более точных определениях следует брать несколько стандартных растворов.

Работа 3. *Определение меди в виде аммиаката дифференциально-фотометрическим методом*

При действии избытка аммиака на раствор соли меди (II) появляется интенсивное сине-фиолетовое окрашивание, вызываемое образованием комплексного соединения меди с аммиаком:



Максимум светопоглощения этого соединения соответствует $\lambda \approx 620$ нм. Для повышения воспроизводимости определения используют метод дифференциальной фотометрии, когда раствор сравнения содержит определенное точно известное количество ионов меди в виде аммиаката.

Работу проводят на колориметре фотоэлектрическом концентрационном КФК-2 (рис. 1.1).

Приборы и материалы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр

Набор кювет для фотометрирования.

Мерные колбы емкостью 50 мл, 7 шт.

Пипетки мерные вместимостью 2, 5 и 10 мл.

Стандартный раствор сульфата меди, содержащий 1 мг меди в 1 мл. Растворяют 3,931 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 25 мл 2М H_2SO_4 , доводят объем раствора дистиллированной водой до метки в мерной колбе емкостью 1000 мл.

Аммиак, 5 %-ный раствор.

Приготовление эталонных растворов. Готовят шесть эталонных (стандартных) растворов, содержащих 50; 100; 150; 200; 250; 300 мкг/мл Cu . Для этого в мерные колбы емкостью 50 мл помещают соответственно 2,5; 5,0; 7,5; 10; 12,5; 15 мл стандартного раствора меди, добавляют в каждую колбу 10 мл 5 %-ного раствора аммиака, доводят объем каждого раствора до 50 мл дистиллированной водой и перемешивают. Через 10 мин приступают к измерениям.

Выполнение работы. Выбор светофильтра и рабочей кюветы производят так же, как в работе 1.

П о с т р о е н и е г р а д у и р о в о ч н о г о г р а ф и к а. После выбора условий фотометрирования измеряют последовательно поглощение всех стандартных растворов, используя в качестве раствора сравнения раствор, содержащий 100 мкг/мл меди. Если содержание меди в фотометрируемом растворе меньше, чем в растворе сравнения, применяют обратный порядок измерений: фотометрируемый раствор условно принимают за «нулевой» раствор сравнения, устанавливают по нему оптический нуль прибора и по отношению к нему измеряют светопоглощение исследуемого раствора. Найденное значение поглощения берут со знаком «минус». Сочетание прямого ($C_o > C_x$) и обратного ($C_o < C_x$) порядков измерений в дифференциальном методе называют двусторонним дифференцированием. Полученные данные заносят в таблицу:

C , мкг/мл	50	100	150	200	250	300
A		0				

Строят градуировочный график в координатах: концентрация – оптическая плотность.

Определение содержания меди в анализируемом растворе. К полученному у преподавателя раствору с неизвестным содержанием соли меди (II) приливают 10 мл 5 %-ного аммиака, доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 50 мл до метки и тщательно перемешивают. Приготовленный раствор через 10 мин фотометрируют с выбранным светофильтром относительно раствора сравнения, содержащего 100 мкг/мл меди, используя при необходимости приемы двустороннего фотометрирования. Пользуясь градуировочным графиком, находят содержание меди в анализируемом растворе.

Работа 4. *Преломление света. Определение показателя преломления жидкостей*

Метод основан на измерении величины светопреломления растворами веществ или жидкостями с использованием рефрактометра. Различные жидкости, а также растворы с отличающейся концентрацией веществ характеризуются разными величинами показателя преломления n_D^{20} . Чистая вода при температуре 20°C и длине волны $\lambda \approx 589,3$ нм имеет $n_D^{20} = 1,3330$.

Работу проводят на рефрактометре Аббе или аналогичных приборах типа РЛУ, РЛ, УРЛ.

Методика работы на приборе. Если используемый рефрактометр содержит встроенный источник света (лампу накаливания), то надо включить прибор в сеть 220 В. Если в конструкции используемого рефрактометра внутренний источник света не предусмотрен, надо расположить прибор так, чтобы, свет падал максимально на принимающую призму от внешнего источника света, в качестве которого можно использовать дневной свет или автономный светильник.

Величина показателя преломления зависит от температуры. Если в конструкции рефрактометра предусмотрено термостатирование при 20°C, необходимо включить термостат на необходимую температуру или выдержать прибор в помещении с температурой 20°C для обеспечения измерений показателя преломления при стандартной температуре 20°C.

Открывают поверхность измерительной призмы, поворачивая вверх верхнюю призму, наносят 1 каплю исследуемой жидкости на призму и быстро закрывают верхнюю призму, так чтобы жидкость не успела полностью испариться. После измерения поверхности призм ПРОТИРАЮТ начисто ватой или фильтровальной бумагой, смоченными чистой, легко испаряющейся жидкостью, например, этанолом.

Световой поток поступает на нижнюю часть призмы, проходит через границу раздела призм, в которой находится капля измеряемого образца, проходит через верхнюю призму и поступает в окуляр, в котором глазом

видна линия раздела тёмной и светлой части полукругов окуляра. Совмещение этой линии раздела с серединой сектора в перекрестии и считывание по шкале соответствующего числа позволяет определить величину n_D^{20} .

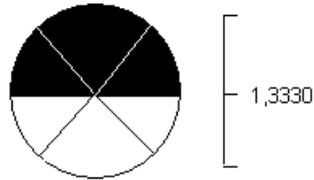


Рис. 4.1. Определение показателя преломления H_2O
(вид в окуляре)

Измерения проводят 3 – 5 раз и окончательное значение измеренного показателя преломления определяют как среднее арифметическое из полученных значений.

Приборы и материалы

Рефрактометр.

Пипетка или капельница для нанесения капли жидкого образца на поверхность призмы.

Фильтровальная бумага.

Спирт этиловый.

Вода дистиллированная.

Уксусная кислота.

Ацетон, гексан, бензол или другие органические растворители с известным показателем преломления.

Выполнение работы. Убедиться, что рефрактометр позволяет правильно осуществлять измерения величины n_D^{20} . Для этого 1 каплю дистиллированной воды нанести на поверхность измерительной призмы, закрыть верхнюю призму и считать в окуляре значение показателя преломления. Открыть призмы и протереть их насухо чистой фильтровальной бумагой, затем ватой, смоченной спиртом. Поверхности призм должны быть чистыми без разводов и загрязнений.

Получить у преподавателя образцы определяемых жидкостей №№ 1–5. 1 каплю каждого поступившего образца нанести на поверхность измерительной призмы, закрыть верхнюю призму и считать в окуляре значение показателя преломления. Сравнить полученные значения показателей преломления с известными значениями или справочными данными. Сделать вывод о том, какой образец жидкости соответствует образцу, поступившему на исследования.

При анализе водных 3 – 9 %-ных растворов уксусной кислоты воспользуйтесь данными таблицы с учетом необходимой экстраполяции значений n_D^{20} для дистиллированной воды и уксусной кислоты (реактивная 100 %-ная).

Т а б л и ц а 4.1

Показатели преломления некоторых жидкостей при 20°C, $\lambda = 589 \text{ нм}$

Вещество	n_D^{20}	Вещество	n_D^{20}
Ацетон C_3H_6O	1,3591	2-Пропанол C_3H_8O	1,3773
Бензол C_6H_6	1,5011	Уксусная кислота $C_2H_4O_2$	1,3717
Вода H_2O	1,3330	Хлороформ $CHCl_3$	1,4456
Гексан C_6H_{14}	1,3751	Этиловый спирт C_2H_6O	1,3613
Глицерин $C_3H_8O_3$	1,4744	Этилацетат $C_4H_8O_2$	1,3726

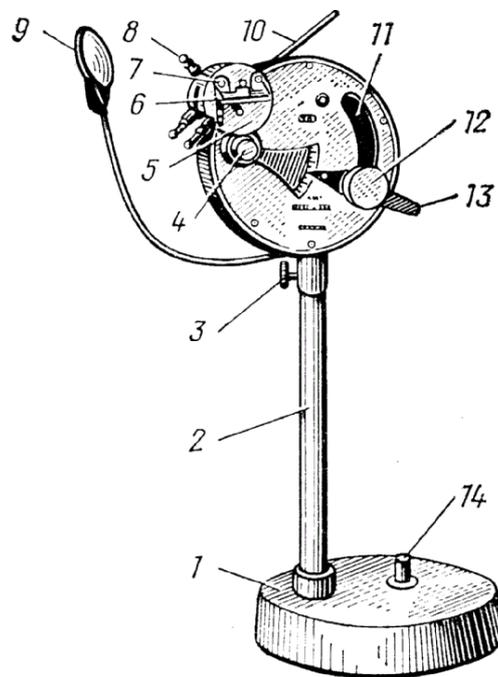


Рис. 4.2. Рефрактометр типа РЛ

Рефрактометр типа РЛ. Данный рефрактометр (рис. 4.2) предназначен для определения показателя преломления жидкости и концентрации веществ (масс. %) в водных растворах – продуктах сахарного производства. Пределы измерения: а) по шкале показателей преломления от 1,300 до 1,540, цена деления $1 \cdot 10^{-3}$ величины n_D^{20} ; б) по шкале сахарозы от 0 до 95%, цена деления в интервале от 0 до 50% – 0,2 и в интервале от 50 до 95% – 0,1. Рефрактометр состоит из основания 1, на котором установлена колонка 2, несущая корпус прибора. К корпусу крепятся верхняя 7 и нижняя 5 камеры Аббе. Нижняя камера 5, в которую заключена измерительная призма, жестко закреплена на корпусе. Верхняя камера 7, в которой находится осветительная призма, соединена шарниром 6 с нижней ка-

мерой и может поворачиваться относительно последней. Обе камеры полые и имеют штуцера 8, на которые надеваются резиновые трубки для соединения камер с термостатирующей установкой. Для контроля температуры служит термометр 10 в оправе, который соединен непосредственно с нижней камерой. Нижняя и верхняя камеры имеют окна, которые закрываются съемной крышкой или в нижней – крышкой, а в верхней – диафрагмой. Для направления светового потока в окно имеется отражательное стекло-зеркало 9, которое можно устанавливать под любым углом к оптической оси рефрактометра и фиксировать в необходимом положении. На переднюю крышку корпуса выведена шкала 11 и рукоятка 13, несущая окуляр 12, в котором нанесены три визирных штриха. Вращая рукоятку вокруг оси, совмещают границу светотени с визирной штриховой линией. На одной оси с рукояткой находится головка дисперсионного компенсатора 4, соединенного с оправой призмы Амичи, при помощи которой устраняется спектральная окраска границы светотени. Светотень должна быть резкой.

Источником света может служить осветитель, прикрепленный к корпусу рефрактометра, электрическая матовая лампа 75 – 100 Вт или дневное освещение. При исследовании светлых жидкостей измерения проводят в проходящем свете, для чего необходимо направлять световой поток в окно верхней камеры. При исследовании темных жидкостей лучше работать в отраженном свете, чтобы не было значительного поглощения световой энергии в жидкости, от чего понижаются контрастность световых полей и резкость границы светотени. Если работают в отраженном свете, световой поток направляют непосредственно в окно измерительной призмы. Измерять показатель преломления рекомендуется при 20°C (температура градуировки шкал). Через камеры Аббе из ультратермостата или другой термостатирующей установки до измерений пропускают воду 10 – 15 мин.

Перед измерениями проверяют нулевую точку прибора. Для этого 1–2 капли дистиллированной воды наносят на полированную плоскость измерительной призмы и устанавливают окуляр на резкость по шкале и визирной линии в виде трех штрихов. Затем перемещают окуляр рукояткой по шкале до тех пор, пока визирная штриховая линия не совместится с границей светотени. При правильной установке прибора на нулевую точку граница светотени при 20°C должна быть совмещена с нулевым делением шкалы для сахарозы и делением $n = 1,333$ шкалы показателей преломления. Если совмещение отсутствует, то отвинчивают пробку на корпусе, надевают на винт внутри корпуса ключ и, вращая винт, совмещают границу светотени с нулевым делением правой шкалы для сахарозы,

соответствующим показателю преломления $n_D^{20} = 1,333$ на левой шкале. Правильность установки прибора проверяют 2 – 3 раза.

После установки прибора на нулевую точку отворачивают верхнюю камеру Аббе, вытирают плоскости осветительной и измерительной призм досуха вначале фильтровальной бумагой, а затем неворсистой салфеткой. На полированную поверхность измерительной призмы осторожно, чтобы ее не поцарапать, наносят пипеткой 2 – 3 капли исследуемой жидкости и плавно опускают верхнюю камеру Аббе. Зеркалом направляют свет в одно из окон, другое окно при этом должно быть закрыто крышкой. Перемещением окуляра вводят в поле зрения прибора границу светотени и устанавливают ее на резкость, наблюдая в окуляр и вращая левой рукой головку дисперсионного компенсатора. Правой рукой перемещают окуляр до совмещения визирной штриховой линии с границей светотени. Положение границы светотени на левой шкале определит результат отсчета, т.е. показатель преломления жидкости.

При определении показателя преломления на рефрактометре раствор следует вносить между призмами в достаточном количестве и быстро, чтобы не успел испариться растворитель и не изменилась концентрация. Отсчет показателя преломления по шкале рефрактометра производят до третьего знака после запятой. Четвертый знак оценивается на глаз. По окончании измерений надо плоскости обеих частей камеры промыть дистиллированной водой и протереть досуха.

Измерения при помощи рефрактометра проводят несколько раз и вычисляют среднее арифметическое значение показателя преломления n_D^{20} . Оно равно:

$$\langle n_D^{20} \rangle = \frac{1}{m} \sum_{m=1}^{m=m} n_D = \frac{n_{D,1} + n_{D,2} + n_{D,3} + \dots + n_{D,m}}{m},$$

где m – число измерений (вариантов). Исходя из $\langle n_D^{20} \rangle$ оценивают точность измерений, вычисляя отклонение отдельного измерения, равное разности между ним и $\langle n_D^{20} \rangle$. $d_1 = n_{D,1} - \langle n_D^{20} \rangle$; $d_m = n_{D,m} - \langle n_D^{20} \rangle$.

Среднее арифметическое отклонение вычисляют по формуле

$$\langle d \rangle = \frac{\sum_{m=1}^{m=m} d}{m},$$

среднюю квадратичную ошибку отдельного измерения (стандартное отклонение) – по формуле

$$\langle S \rangle = \sqrt{\frac{\sum_{m=1}^{m=m} d^2}{m-1}},$$

Выражения $\sum d$ и $\sum d^2$ вычисляют по абсолютному значению d , т. е. без учета его знака; относительное стандартное отклонение средне-

го значения по формуле $S_f = S / \langle n_D^{20} \rangle$; среднюю квадратичную ошибку среднего арифметического значения по формуле

$$F = \sqrt{\frac{\sum_{m=1}^{m=m} d^2}{m(m-1)}},$$

которая не должна быть больше значения единицы деления шкалы рефрактометра; если она ее превышает, определения надо повторить. Аналогичную оценку точности измерений следует проводить при работе с приборами любого назначения.

Работа 5. Спектроскопия отражения. Анализ происхождения материалов в ультрафиолетовом свете

Метод основан на изменении цветовых характеристик материалов под воздействием УФ-излучения.

Работу проводят с использованием люминоскопа типа ЛПК-1.

Методика работы на приборе. Прибор включают в сеть за 15 мин до начала измерений. Вручную помещают испытуемый образец сбоку в камеру прибора и закрывают окошко камеры таким образом, чтобы образец находился в темноте и освещался только УФ-лампой прибора. Рассматривают образец через окошко-окуляр. В качестве 1-го образца используют качественное сливочное масло, которое в УФ-лучах обладает слабым лимонно-желтым свечением. Помещают 2-й образец, в качестве которого используют маргарин, содержащий значительное количество предельных жирных кислот. Наблюдают голубовато-зеленоватое свечение, отличающееся от оттенков настоящего сливочного масла. Делают вывод о групповой принадлежности испытуемых образцов.

В прибор помещают денежную купюру любого достоинства и удостоверяются в том, что она является настоящей, так как в УФ-свете защитные полосы на купюре, а также вкрапления волосков в бумаге купюры флуоресцируют яркими цветными красками. Специальные флуоресцирующие красители, применяемые при печати денежных купюр, позволяют проводить соответствующую идентификацию их подлинности.

Приборы и материалы

Люминоскоп или УФ-лампа в защитном кожухе.

Образцы материалов с разной светимостью в УФ-отраженном свете (маргарин, сливочное масло).

По результатам исследования составляют протокол испытаний.

По заданию преподавателя получают образцы материалов и исследуют их в ультрафиолетовом свете.

Контрольные вопросы и задачи

1. Теоретические основы спектрометрии.
2. Взаимодействие веществ с электромагнитным излучением.
3. Классификация методов анализа.
4. Общая характеристика и классификация физико-химических методов анализа и их достоинства.
5. Общая характеристика и классификация физических методов анализа.
6. Оптические методы физико-химического анализа. Классификация.
7. Сущность фотометрического анализа. Происхождение молекулярных спектров.
8. Спектры поглощения. Зависимость поглощения от строения молекул или ионов.
9. Законы поглощения электромагнитного излучения. Основное уравнение фотометрического анализа.
10. Основные приемы фотометрического анализа. Метод сравнения. Метод градуировочного графика.
11. Метод добавок в анализе многокомпонентных систем.
12. Метод фотометрического титрования.
13. Метод дифференциальной фотометрии.
14. Нефелометрический метод анализа.
15. Турбидиметрический метод анализа.
16. Люминесценция. Виды люминесценции.
17. Спектры поглощения и спектры люминесценции.
18. Зависимость интенсивности люминесценции (флуоресценции) от концентрации и использование ее в анализе. Тушение люминесценции.
19. Применение люминесцентного метода анализа. Сортовой анализ. Люминесцентная микроскопия. Люминесцентный химический анализ.
20. Сущность хроматографии. Классификация хроматографических методов разделения и анализа.
21. Хроматограммы в колоночной хроматографии. Элюирование.
22. Ионнообменная хроматография. Иониты. Применение ионного обмена в аналитической химии.
23. Распределительная хроматография. Бумажная хроматография. Тонкослойная хроматография.
24. Высокоэффективная жидкостная хроматография.
25. Газовая хроматография.
26. Рассчитать концентрацию вещества в растворе, если известно, что $\epsilon = 100$, кювета стандартная 1 см, а величина $D_{546} = 2$.

27. Теоретические основы спектрометрии. Связать процессы, происходящие при облучении веществ электромагнитным излучением, со строением атома.
28. Закон поглощения Бугера-Ламберта-Бера. Экстинкция как аддитивная величина.
29. Дисперсные системы. Нефелометрия.
30. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Анализ металлов в растворе.
31. Предложить спектрофотометрический метод определения белка в растворе.
32. Фотометрия. Принципы, аппаратура, порядок выполнения измерений. Примеры анализа.
33. Понятие точности спектрометрического анализа. Минимально определяемая концентрация. Ошибка измерения. Сходящаяся и расходящаяся погрешность.
34. Предложить неразрушающий метод анализа драгоценного сплава.
35. Спектрофотометрия. Устройства для проведения спектрофотометрических измерений. Максимальная и рабочая длина волны. Возможности метода.
36. Основные понятия спектрометрии. Свет как электромагнитное излучение. Спектр. Энергия излучения. Волновое число.
37. Является ли монохроматическим свет настольной лампы накаливания?
38. Теория поглощения света. Связать со строением атома, показать электронные переходы и возникновение линий в ИК и УФ областях спектра.
39. Шкала электромагнитных колебаний.
40. Источники электромагнитного излучения, применяемые в спектрометрических приборах.
41. Явление флуоресценции. Теория возникновения и практическое использование.
42. Фотометрический анализ. Дать примеры. Какие вещества можно анализировать данным методом? Параметры, влияющие на точность результата.
43. Понятие спектра. Причины возникновения дискретных и размытых спектров.
44. Законы поглощения излучения веществом. Пределы линейности. Точность.
45. Приемы фотометрии. Метод сравнения. Метод градуировочного графика.
46. Позволяют ли спектрофотометры определять концентрацию веществ в растворах и твердых смесях.
47. Рефрактометрия. Зависимость показателя преломления от различных параметров. Возможности использования преломления света в техническом анализе.

48. Способы выражения концентрации растворов, применяемых в спектрометрии. Показать на примере использования закона Ламберта-Бугера-Бера.
49. Количественные понятия, используемые для расчетов в спектрометрии. Длина волны, толщина оптического слоя, концентрация, молярная экстинкция, точность, их зависимость от различных факторов.
50. Люминесцентный анализ. Теоретические основы. Виды флуоресценции.
51. Рентген-флуоресцентный анализ. Возникновение линий в спектре. Аналитический сигнал. Понятие стандартного ГСО образца. Количественные и качественные измерения.
52. ИК-спектроскопия. ИК-спектрометры. Характеристические полосы. Возможности получения информации для решения сертификационных задач. Примеры.
53. Примеры анализа твердых, газообразных и жидких веществ спектрометрическими методами.
54. Принципы и правила обработки результатов спектрофотометрических измерений. Линейность зависимости экстинкции от концентрации. Влияние длины волны, температуры и других параметров на точность результата.
55. Хемилюминесценция. Люминофоры. Тушение люминесценции. Факторы, влияющие на люминесценцию.
56. Принципиальная схема устройства спектрометров. Примеры.
57. Понятие эталонов. Возможности проведения измерений со стандартными образцами. Метод сравнения.
58. Спектральные характеристики веществ.
59. Масс-спектрометрический анализ.
60. Принципы выбора материалов для спектрометрии (выбор кювет, растворителей). Поглощение и отражение света в кювете с раствором и растворителем.
61. Нефелометрия. Турбодиметрия. Принципы использования нефелометров для проведения измерений. Примеры.
62. Поляриметрия. Зависимость угла вращения плоскости поляризованного света от концентрации оптически активного вещества. Оптическая изомерия.
63. Выбор длины волны при спектрофотометрическом анализе. Пояснить примерами.
64. Возможности ИК- и УФ- спектроскопии в сертификационном анализе.
65. Понятие хроматографического анализа. Использование спектрометрических устройств в хроматографическом анализе. Примеры.
66. Рефрактометрия. Выбор длины волны при рефрактометрическом и спектрофотометрическом анализе. Пояснить примерами.

Библиографический список

1. **Олиференко, Г.Л.** Физико-химические методы анализа: учеб. пособие/ Г.Л. Олиференко, А.Д. Неклюдов, А.Н. Иванкин. – М.: ГОУ ВПО МГУЛ, 2007. – 232 с.
2. **Олиференко, Г.Л.** Аналитическая химия: Учебное пособие для студентов спец. 260300 / Под ред. проф. А.Д. Неклюдова. – М.: МГУЛ, 2005. – 47 с.
3. **Дорохова, Е.Н.**, Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа / Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. – М.: Высшая школа, 1995. – 256 с.
4. **Неклюдов, А.Д.** Практический курс по общей химии, биотехнологии и экологическим основам производств: учебное пособие для студентов спец. 260300 / А.Д. Неклюдов, А.Н.Иванкин, Г.Н.Федотов. – М.: МГУЛ, 2004. – 500 с.
5. **Иванкин, А.Н.** Спектрометрия. Контрольный тест./ Электронное учебное пособие на CD. – М.: ГОУ ВПО МГУЛ, 2007. – 15 с.
6. **Иванкин, А.Н.** Спектрометрия. Контрольный тест к лабораторным работам по спектрометрическим методам/ Электронное учебное пособие на CD. – М.: ГОУ ВПО МГУЛ, 2007. – 20 с.
7. http://www.turpion.rosugol.ru/main/pa_rcr.html – обзоры периодических статей по спектроскопии в химии
8. <http://www.yandex.ru> – основная поисковая система информации по спектроскопии и другим вопросам, поиск по ключевым словам на русском языке.
9. <http://www.chemport.ru/?cid=34> – банк многостраничных электронных отечественных и зарубежных книг по химии и спектрометрии.
10. <http://elibrary.ru/> – научная электронная библиотека.
11. ГОСТ 2874. Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством.

Приложения

В соответствии с требованиями Всемирной организации здравоохранения (ВОЗ) установлены нормативы предельного содержания веществ в питьевой воде – ПДК, мг/л, не более: акриламида – 0,0005; алахлора – 0,02; алюминия – 0,2; альдикарба – 0,01; альдрин – 0,00003; аммония – 0,2; атразина – 0,002; бария – 0,7; бенз(а)пирена – 0,0006; бензатона – 0,03; бензола – 0,0007; бора – 0,3; броматов – 0,025; бромдихлорметана – 0,06; бромформа – 0,1; винилхлорида – 0,01; гексахлорбензола – 0,001; гексахлорбутадиена – 0,005; гептахлора – 0,00003; ДДТ – 0,002; дибромацетонитрила – 0,1; 1,2-дибром-3-хлорпропана – 0,001; дибромхлорметана – 0,1; дихлорацетонитрила – 0,09; 1,2-дихлорбензола – 0,001; 1,4-дихлорбензола – 0,0003; дихлорметана – 0,02; дихлорпропа – 0,1; 1,2-дихлорпропана – 0,02; 1,3-дихлорпропена – 0,02; дихлоруксусной кислоты – 0,05; 2,4-дихлорфеноксималяной кислоты – 0,09; 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты – 0,009; 2,4-дихлорфенола – 0,0003; 1,2-дихлорэтана – 0,03; 1,2 – дихлорэтилена – 0,05; ди(2-этилгексил)адипината – 0,08; ди(2-этилгексил)фталата – 0,008; железа – 0,3; кадмия – 0,003; ксилола – 0,02; линдана – 0,002; марганца – 0,1; меди – 1; 2-метил-4-хлор-феноксиуксусной кислоты – 0,002; метоксихлора – 0,02; метолахлора – 0,01; молибдена – 0,07; молината – 0,006; монохлорамина – 3; монохлорбензола – 0,01; мышьяка – 0,01; натрия – 200; никеля – 0,02; нитратов – 50; нитритов – 3; нитрилотриуксусной кислоты – 0,2; пендиметалина – 0,02; пентахлорфенола – 0,009; перметрина – 0,02; пиридата – 0,1; пропанила – 0,02; ртути – 0,001; свинца – 0,01; селена – 0,01; сероводорода – 0,05; сильвекса – 0,009; симазина – 0,002; стирола – 0,004; сульфатов – 250; сурьмы – 0,005; 2,4,5-Т – 0,009; текопропа – 0,01; тетрахлорэтилена – 0,04; толуола – 0,02; тригалометана – 0,001; трифлуралина – 0,02; трихлорацетальдегида – 0,01; трихлорбензола – 0,005; трихлортрибутилоловооксида – 0,002; трихлоруксусной кислоты – 0,1; 2,4,6-трихлорфенола – 0,002; 1,1,1-трихлорэтана – 2; трихлорэтилена – 0,07; формальдегида – 0,9; фтора – 1,5; хлора – 0,6; хлордана – 0,0002; хлоридов – 250; хлоритов – 0,2; хлортолурана – 0,03; 2-хлорфенола – 0,0001; хлорциана – 0,07; хрома – 0,05; цианидов – 0,07; цинка – 3; четыреххлористого углерода – 0,002; эпихлоргидрина – 0,0004; ЭДТА – 0,2; этилбензола – 0,002. Показатель кислотности рН 6,5–8,5. Микроорганизмы термотолерантные и другие колиформы не должны обнаруживаться в 100 мл пробы.

Таблица 1

Стандартное пропускание (T) и оптическая плотность (A) стандартных растворов:

1) 0,04 г/л K_2CrO_4 в 0,05 М КОН; 2) 20 г/л $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ + 10 мл/л H_2SO_4

λ , нм	0,04 г/л K_2CrO_4 в 0,05 М КОН		20 г/л $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ + 10 мл/л H_2SO_4	
	T , %	A	T , %	A
340	48,5	0,307	–	–
405	52,25	0,28	99,55	0,01
495	100	0	99,4	0,0095
546	–	–	97,0	0,01
578	–	–	91,4	0,04

Таблица 2

Характеристические частоты поглощения некоторых группировок в ИК спектрах

Группировка	ν , cm^{-1}	λ , мкм	Интенсивность	Примечание
– CH_3	2975–2950	3,36–3,39	Сильно	$\nu_{as}(CH_3)$
	2885–2860	3,47–3,50	Сильно	$\nu_s(CH_3)$
С–ОН	1075–1000	9,30–10,00	Сильно	Широкая
	1350–1260	7,40–7,94	Сильно	
– CH_2 –COOH	1760	5,68	Сильно	
NO_3^-	1410–1340	7,09–7,46	Очень сильно	
	860–800	11,6–12,5	Средне	

Оглавление

УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ПРАКТИКУМ. Лабораторные работы....	3
Работа 1. Фотометрическое определение марганца в виде перманганата методом градуировочного графика.....	3
Работа 2. Фотометрическое определение хрома в виде дихромата методом сравнения.....	5
Работа 3. Определение меди в виде аммиаката дифференциально-фотометрическим методом.....	6
Работа 4. Преломление света. Определение показателя преломления жидкостей.....	8
Работа 5. Спектроскопия отражения. Анализ происхождения материалов в ультрафиолетовом свете.....	8
Контрольные вопросы и задачи.....	13
Библиографический список	14
Приложения.....	17
Оглавление.....	18
	20