#### МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

#### Обнинский институт атомной энергетики –

филиал федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

## (ИАТЭ НИЯУ МИФИ)

#### **УТВЕРЖДАЮ**

Начальник отделения ядерной физики и технологий (O) \_\_\_\_\_ Д.С.Самохин «\_\_\_\_» \_\_\_ 201\_ г.

## РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ

Инструментальные методы анализа радиационного и химического загрязнения
название дисциплины
для студентов направления подготовки
06.03.01 Биология

код и наименование направления подготовки

# профиля *Радиобиология*

код и наименование профиля

Форма обучения: очная

г. Обнинск 201\_ г.

Программа составлена в соответствии с федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования по направлению подготовки 06.03.01 Биология.

Программу составила:	
T.B. M	Гельникова, доцент, канд.хим.наук
Рецензент:	
Л.П. Г	олякова, доцент, канд.хим.наук, доцент
Программа рассмотрена на за (протокол № от «» _	седании отделения ядерной физики и технологий (О) 201_ г.)
	Начальник отделения ядерной физики и технологий (O)
	Д.С.Самохин « » 201 г

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

В результате освоения ООП бакалавриата обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения по дисциплине:

Коды	Результаты освоения	Перечень планируемых
компетенций	ООП	результатов обучения по
, '	Содержание	дисциплине**
	_	A
ОПК-6	компетенций* способностью применять современные экспериментальные методы работы с биологическими объектами в полевых и лабораторных условиях, навыки работы с современной аппаратурой	<ul> <li>знать:</li> <li>современные методы инструментального анализа радиационного и химического загрязнения, используемые в экологических исследованиях; уметь:</li> <li>правильно выбрать метод, наиболее подходящий для решения конкретной аналитической задачи;</li> <li>выполнять анализ объектов;</li> <li>провести статистическую обработку результатов измерений и дать оценку точности и правильности анализа; владеть:</li> <li>практической работы, необходимые при подготовке проб природных объектов к анализу, градуировке оборудования, выполнении измерений с использованием электроаналитических (потенциометрия, ионометрия, вольтамперометрия, кондуктометрия), спектральных (молекулярная спектрофотометрия в УФ и видимой области спектра, атомная эмиссия) и</li> </ul>
		хроматографических (ГЖХ, ВЭЖХ) методов анализа;  • понятийным и терминологическим аппаратом инструментальных методов анализа радиационного и химического загрязнения.
ПК-1	способностью эксплуатировать современную аппаратуру и оборудование для выполнения научно-	знать: • современные методы инструментального анализа радиационного и химического загрязнения, используемые в экологических исследованиях; уметь:

	исследовательских полевых и лабораторных биологических работ	<ul> <li>правильно выбрать метод, наиболее подходящий для решения конкретной аналитической задачи; владеть:</li> <li>практической работы, необходимые при подготовке проб природных объектов к анализу, градуировке оборудования, выполнении измерений с использованием электроаналитических (потенциометрия, ионометрия, вольтамперометрия, кондуктометрия), спектральных (молекулярная спектрофотометрия в УФ и видимой области спектра, атомная эмиссия) и хроматографических (ГЖХ, ВЭЖХ) методов анализа;</li> <li>понятийным и терминологическим аппаратом инструментальных методов анализа радиационного и химического загрязнения.</li> </ul>
ПК-2	способностью применять на практике приемы составления научнотехнических отчетов, обзоров, аналитических карт и пояснительных записок, излагать и критически анализировать получаемую информацию и представлять результаты полевых и лабораторных биологических исследований	<ul> <li>знать:</li> <li>теоретические основы, область применения, метрологические характеристики методов и их аппаратурное оснащение; уметь:</li> <li>провести статистическую обработку результатов измерений и дать оценку точности и правильности анализа; владеть:</li> <li>понятийным и терминологическим аппаратом инструментальных методов анализа радиационного и химического загрязнения.</li> </ul>

### 2. Место дисциплины в структуре ООП бакалавриата

Дисциплина реализуется в рамках вариативной части. Индекс дисциплины: Б1.В.ОД.16.

Для освоения дисциплины необходимы компетенции, сформированные в рамках изучения следующих дисциплин: Химия, Физика.

Дисциплины, для которых освоение данной дисциплины необходимо как предшествующее: Биологические подходы к нормированию радиационного и химического загрязнения, Безопасность жизнедеятельности.

Дисциплина изучается на 3 курсе в 5 семестре.

3. Объем дисциплины в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (по видам занятий) и на самостоятельную работу обучающихся

	Форма обучения (вносятся данные по
<u> </u>	реализуемым формам)
Вид работы	Очная
Part Part Part Part Part Part Part Part	Семестр
	N₂
70	Количество часов на вид работы:
Контактная работа обучающихся	
с преподавателем	
Аудиторные занятия (всего)	64
В том числе:	
лекции	16
(лекции в интерактивной форме)	-
практические занятия	32
(практические занятия в	
интерактивной форме)	
лабораторные занятия	16
Промежуточная аттестация	
В том числе:	
зачет	-
экзамен	-
Самостоятельная работа	
обучающихся	
Самостоятельная работа	116
обучающихся (всего)	110
В том числе:	
Подготовка к защите лабораторных	50
работ	30
Проработка конспекта лекций	40
Проработка учебников, учебных	
пособий и обязательной литературы	26
(материал не излагается на лекциях)	
Всего (часы):	180
Всего (зачетные единицы):	5

# 4. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий

4.1. Разделы дисциплины и трудоемкость по видам учебных занятий (в академических часах)

No	Наименование раздела /темы		ы учеб	ной раб	<b>оты</b> в ча	cax
п/п	дисциплины	Очная форма обучения		[		
		Лек	Пр	Лаб	Внеауд	СРО
1.	Раздел 1. Введение в ИМА РиХЗ	4	8			16
1.1.	Тема 1.1. Понятие инструментальные	1	2			4
	методы анализа	1	4			7
1.2.	Тема 1.2. Метрологические					
	характеристики, используемые в	1	2			4
	ИМА РиХЗ					
1.3.	Тема 1.3. Критерии оценки					
	правильности результатов	_				
	аналитических измерений.	1	2			4
	Статистическая обработка					
1 1	результатов анализа					
1.4.	Тема 1.4. Способы измерения	1	2			4
2.	аналитических сигналов Раздел 2. Электрохимические					
∠.	метолы анализа	2	8	8		24
2.1.	Тема 2.1. Потенциометрия и					
2.1.	вольтамперометрия	1	4	4		12
2.2.	Тема 2.2. Кондуктометрия и					1.0
	кулонометрия	1	4	4		12
3.	Раздел 3. Спектральные методы	4	8	8		24
	анализа	4	ð	ð		24
3.1.	Тема 3.1. Фотоколометрия и	2	4	4		12
	спектрофотометрия		7	<b>T</b>		12
3.2.	Тема 3.2. Атомно-абсорбционная и	2.	4	4		12
	эмиссионная спектрометрия		*	7		12
4.	Раздел 4. Хроматографические	3	8	8		24
4 1	методы анализа					
4.1.	Тема 4.1. Газожидкостная	•		0		10
	хроматография. Жидкостная	2	4	8		12
4.2	хроматография					
4.2.	Тема 4.2. Хромато-масс-	1	4			12
5.	спектрометрия					
3.	Раздел 5. Методы и средства радиационного контроля	3		24		
	загрязнения окружающей среды	3				47
5.1.	Тема 5.1. Аппаратное обеспечение					
J.1.	измерения, мощности дозы и	2				12
L	Tomperium, mondinoetin Aoobi ii		l	l		

	загрязнения поверхности				
5.2.	Тема 5.2. Измерение индивидуальных доз облучения	1			12
	Всего:	16	32	16	116

## 4.2. Содержание дисциплины, структурированное по разделам (темам)

Лекционный курс

	ионный курс	
No	Наименование	
п/п	раздела /темы	Содержание
	дисциплины	
1.	Раздел 1. Введение в И	<b>1МА РиХЗ</b>
1.1.	Тема 1.1. Понятие инструментальные методы анализа	История и современное состояние ИМА. Классификация инструментальных методов анализа: электроаналитические, спектральные, хроматографические, масспектрометрия, методы радиационного контроля загрязнения окружающей среды. Основные характеристики инструментальных методов анализа: область применения, рабочий диапазон определяемых концентраций, линейность, селективность определения, производительность оборудования, требования к подготовке и квалификации персонала.
1.2.	Тема 1.2. Метрологические характеристики, используемые в ИМА РиХЗ	Метрологические характеристики: чувствительность, предел обнаружения, воспроизводимость, точность и правильность результатов измерений. Достоинства и недостатки распространенных методов инструментального анализа. Факторы, учитываемы при выборе аналитического метода для решения конкретной задачи
1.3.	Тема 1.3. Критерии оценки правильности результатов аналитических измерений. Статистическая обработка результатов	Размах варьирования, среднее значение, рассеяние результатов измерений относительно среднего. Доверительные интервалы и оценка их величины. Интерпретация результатов анализа. Расчет и статистическая оценка параметров градуировочного графика. Преобразований функций к линейному виду.
1.4.	анализа Тема 1.4. Способы измерения аналитических сигналов	Понятие аналитического сигнала. Виды аналитических сигналов, характеристики аналитических сигналов. Прямые (метод градуировочного графика, метод стандартных добавок, метод сравнения со стандартом) и косвенные (титриметрические) способы измерения аналитических сигналов; абсолютные (безэталонные) и относительные методы.
2.	Раздел 2. Электрохим	ические метолы анализа
2.1.	Тема 2.1. Потенциометрия и вольтамперометрия	Электрохимические системы: электрохимическая ячейка и гальванический элемент. Термодинамические и кинетические характеристики электрохимических реакций в растворе. Типы электродов, используемых в электроаналитических методах. Классификация обратимых электродов. Электроды

индикаторные (рабочие) и вспомогательные сравнения, электроды. Потенциометрия и ионометрия. метода. Уравнение Нернста, стандартные, равновесные и реальные потенциалы. Типы электродов, используемые в потенциометрии. Ионоселективные электроды: классификация, устройство, характеристики. Коэффициент селективности. Потенциометрические измерения. Прямое потенциометрическое определение. Ионометрия Потенциометрическое ионоселективными электродами. титрования, титрование. Кривые способы нахождения конечной точки титрования. Аппаратурное оформление Явления потенциометрии. на электродах электрохимической ячейки при прохождении постоянного электрического тока. Электродная поляризация деполяризация, виды перенапряжений. Вольтамперометрия и ее разновидности (классическая, переменно-токовая, инверсионная и т.п.). Качественный и количественный вольтамперометрический анализ. Полярографическая волна, предельный ток диффузии, роль фонового электролита. Аппаратурное оформление. Градуировка оборудования. Амперометрическое титрование. Требования к условиям проведения. Вид кривых титрования. Тема 2.2. **Кулонометрия**. Теоретические основы метода. Электролиз, 2.2. законы Фарадея. Выход по току. Кулонометрический анализ

## Кондуктометрия и кулонометрия

при постоянном потенциале постоянном преимущества и недостатки. Кулонометрическое титрование. **Кондуктометрия**. Теоретические основы. Электрическая проводимость растворов электролитов. Электрическая подвижность ионов числа переноса. Удельная И электропроводность. Прямой эквивалентная кондуктометрический анализ. Принцип метода, область применения, достоинства недостатки. Кондуктометрическое титрование. Кривые титрования.

#### Раздел 3. Спектральные методы анализа

#### 3.1. Тема 3.1. Фотоколометрия и спектрофотометрия

Шкала электромагнитных волн. Основные понятия и соотношения. Волновые энергетические параметры И излучения. Явления при взаимодействии электромагнитного излучения с веществом (эмиссия, абсорбция, флуоресценция) и их использование в спектральных методах анализа. Классификация спектральных методов анализа и область их применения.

Спектры испускания и поглощения, их возбуждение. Атомные и молекулярные спектры в оптическом диапазоне шкалы электромагнитных волн, структура спектра линий. Молекулярноинтенсивность спектральных абсорбционный спектральный анализ в УФ и видимой области шкалы электромагнитных волн. Молекулярные спектры испускания и поглощения, их возбуждение и регистрация. Качественный И количественный Законы поглощения света. Инструментальные и химические закона причины отклонения от Ламберта-Бугера-Бера. Методы плотности. измерения оптической Фотоколориметрия Техника спектрофотометрия.

		спектрофотометрии. Блок схема спектрофотометра: источники излучения, монохроматоры и полихроматоры, детекторы излучения. Одно- и двухлучевые спектрометры. Разрешающая способность и другие характеристики приборов.
3.2.	Тема 3.2. Атомно- абсорбционная и эмиссионная спектрометрия	Атомно-абсорбционная, атомно-эмиссионная и атомно-флуоресцентная спектрометрия. Спектральные явления, лежащие в основе методов. Атомные спектры испускания и поглощения, их возбуждение. Характеристические частоты элементов в спектре, используемые в качественном и количественном анализе. Атомно-эмиссионный спектральный анализ (спектрография, спектрометрия). Область применения, достоинства и недостатки. Атомно-абсорбционная спетрометрия. Область применения, достоинства и недостатки. Помехи при анализе (ионизационные, химические, неселективные) и их устранение. Елок-схемы приборов для атомного спектрального анализа. Спектральные источники излучения (лампы с полым катодом, лазеры). Атомизаторы (пламенные, электротермические, высокочастотная индуктивно-связанная плазма и др.) и их характеристики. Монохроматоры и
		полихроматоры, приемники излучения.
4.	Раздел 4. Хроматогра	фические методы анализа
4.1.	Тема 4.1. Газожидкостная хроматография. Жидкостная хроматография	Классификация хроматографических методов, область их применения. Теория хроматографии. Процессы, происходящие в хроматографической колонке при движении по ней вещества. Критерии разделения компонентов смеси. Концепция теоретических тарелок. Число теоретических тарелок. Уравнение Джеймса и Мартина. Высота эквивалентной теоретической тарелки, индекс удерживания, селективность и разрешающая способность колонки, коэффициент разделения. Уравнение Ван-Деемтера. Теория хроматографической подвижностии. Хроматографические параметры (параметры удерживания). Качественный и количественный хроматографический анализ. Идентификация компонентов смеси. Газовая и газожидкостиная хроматография. Требования, предъявляемы к газу-носителю и неподвижной фазе. Характеристики неподвижных фаз. Капиллярные колонки. Техника газовой хроматографии: ввод пробы, температурный градиент, применяемые детекторы. Жидкостная хроматография. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Изократическое и градиентное элюирование. Характеристики неподвижных фаз. Анализ многокомпонентных смесей. Аппаратурное оформление инструментальной хроматографии. Блок схемы хроматографов: устройства ввода пробы; блок подготовки элюента; блок хроматографических колонок, детекторы, применяемые в
4.2.	Тема 4.2. Хромато-	газовой и жидкостной хроматографии. Методы анализа, основанные на взаимодействии магнитного
	масс-спектрометрия	поля с веществом. Поведение иона в магнитном поле.

		Методы ионизации пробы. Классификация масс-анализаторов и их сравнительная характеристика. Аппаратурное оформление. Хромато-масс-спектрометры. Применение масс-спектрометрических методов для анализа объектов окружающей среды.
5.	Раздел 5. Методы и ср окружающей среды	редства радиационного контроля загрязнения
5.1.	Тема 5.1. Аппаратное обеспечение измерения, мощности дозы и загрязнения поверхности	Системы радиационного контроля загрязнения окружающей среды. Дозиметры. Измеритель мощности дозы (рентгенометр). Измеритель мощности экспозиционной дозы Г-излучения. Радиометр-дозиметр. Радиометры для измерения α-загрязненности поверхностей.
5.2.	Тема 5.2. Измерение индивидуальных доз облучения	Контроль внешнего облучения персонала. Основная цель индивидуального дозиметрического контроля внешнего ионизирующего излучения. Суммарная максимальная эквивалентная доза всех видов излучений в критическом органе.

Практические/семинарские занятия

№	Наименование темы дисциплины	Содержание
1.	Тема 1.1. Понятие инструментальные методы анализа	Решение задач
2.	Тема 1.2. Метрологические характеристики, используемые в ИМА РиХЗ	Решение задач
3.	Тема 1.3. Критерии оценки правильности результатов аналитических измерений. Статистическая обработка результатов анализа	Решение задач
4.	Тема 1.4. Способы измерения аналитических сигналов	Решение задач
5.	Тема 2.1. Потенциометрия и вольтамперометрия	Решение задач
6.	Тема 2.2. Кондуктометрия и	Решение задач

	кулонометрия	
7.	Тема 3.1.	Решение задач
	Фотоколометрия и	
	спектрофотометрия	
8.	Тема 3.2. Атомно-	Решение задач
	абсорбционная и	
	эмиссионная	
	спектрометрия	
9.	Тема 4.1.	Решение задач
	Газожидкостная	
	хроматография.	
	Жидкостная	
	хроматография	
10.	Тема 4.2. Хромато-	Решение задач
	масс-спектрометрия	

Лабораторные занятия

	<b>Наименование</b>	Название лабораторной работы		
No	раздела /темы			
	дисциплины			
1.	Раздел 2. Электрохимические метолы анализа			
1.1.	Тема 2.1. Потенциометрия и вольтамперометрия	Лабораторная работа № 1. Определение фторид - иона (хлориона) в природных водах с использованием ионоселективного электрода Лабораторная работа № 2. Определение перманганатной окисляемости воды методом обратного потенциометрического титрования Лабораторная работа № 3. Определение концентрации тяжелых металлов в водном растворе методом инверсионной вольтамперометрии		
1.2.	Тема 2.2. Кондуктометрия и кулонометрия	Лабораторная работа № 4. Определение Ca(OH) <sub>2</sub> и SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> в водных растворах кондуктометрическим методом		
2.	Раздел 3. Спектралы	ные методы анализа		
2.1.	Тема 3.1. Фотоколометрия и спектрофотометрия	Лабораторная работа № 5. Определение коэффициента эстинкции бензола в воздухе и в воде. Определение бензола в водном растворе		
2.2.	Тема 3.2. Атомно- абсорбционная и эмиссионная спектрометрия	Лабораторная работа № 6. Определение Na, K и Ca в природных водах методом фотометрии пламени		
3.	Раздел 4. Хроматогра	аздел 4. Хроматографические методы анализа		
3.1.	Тема 4.1. Газожидкостная	Лабораторная работа № 7. Определение бензола, нафталина и антрацена в их смеси методом жидкостной хроматографии		

Жидкостная	Лабораторная работа № 8. Определение хлорорганических пестицидов методом газожидкостной хроматографии Лабораторная работа № 9. Определение водорастворимых красителей в смеси методом зксклюзионной хроматографии
------------	---

# 5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине

- 1. Электронный учебно-методический комплекс дисциплины «Инструментальные методы анализа радиационного и химического загрязнения» <a href="http://iate.obninsk.ru/node/5230">http://iate.obninsk.ru/node/5230</a>.
- 2. Круглов С.В., Мельникова Т.В. Лабораторный практикум по курсу «Инструментальные методы анализа». Обнинск: ИАТЭ, 2007. -84 с.

# 6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине

6.1. Паспорт фонда оценочных средств по дисциплине

№ п/п	Контролируемые разделы (темы) дисциплины (результаты	Код контролируемой компетенции (или её части)/	Наименование оценочного средства
	по разделам)	и ее формулировка	одено шого средства
		ий контроль, 5 семестр	
1.	Тема 2.1. Потенциометрия и вольтамперометрия	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 1
	кидтэмодэнматанов	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 2
		ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 3
2.	Тема 2.2. Кондуктометрия и кулонометрия	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 4
3.	Тема 3.1. Фотоколометрия и спектрофотометрия	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 5
4.	Тема 3.2. Атомно- абсорбционная и эмиссионная спектрометрия	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 6
5.	Тема 4.1. Газожидкостная хроматография. Жидкостная хроматография	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 7
		ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 8
		ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Лабораторная работа № 9
6.	Раздел 1-5	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, владеть	Задачи
		очный контроль, 5 семестр	
	Зачет	ОПК-6, ПК-1,2 – знать, уметь, владеть	Устный опрос

6.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующие этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы

#### 6.2.1. Зачет

- а) типовые вопросы (задания):
- 1. Инструментальные методы анализа. Классификация и область применения.
- 2. Характеристики инструментальных методов анализа, используемые при их выборе для решения конкретной задачи (область применения, номенклатура определяемых веществ, диапазон определяемых концентраций, линейность, селективность определения, производительность и т.п.). Дать определения.
- 3. Критерии оценки правильности результатов аналитических измерений (предел обнаружения и чувствительность метода, воспроизводимость, точность и правильность).
- 4. Градуировка оборудования: метод градуировочного графика, метод стандарта, метод добавок. Расчет и статистическая оценка параметров градуировочного графика.
- 5. Электрохимические системы и процессы в них. Электрохимическая ячейка.
- 6. Электрохимические системы и процессы в них. Гальванический элемент.
- 7. Типы электродов, используемых в электроаналитических методах: обратимые и необратимые, первого и второго рода, окислительно-восстановительные, ионоселективные
- 8. Потенциометрия и ионометрия. Стандартные и реальные потенциалы. Уравнение Нернста.
- 9. Типы электродов, используемых в потенциометрии. Устройство электродов сравнения.
- 10. Ионоселективные электроды: классификация и устройство. Коэффициент селективности. Стеклянный электрод и его устройство.
- 11.Потенциометрическое титрование: методы титрования и выбор электродов. Скачек потенциала и факторы, оказывающие влияние на его величину.
- 12. Кривые титрования. Способы нахождения конечной точки титрования.
- 13. Явления на электродах при прохождении постоянного электрического тока. Ээлектродная поляризация, перенапряжение и его виды.
- 14.Вольтамперометрия. Схема ячейки, роль фонового электролита. Природа диффузионного тока.
- 15. Качественный и количественный вольтамперометрический анализ и его разновидности. Вольтамперные кривые.
- 16.Амперометрическое титрование. Типы кривых амперометрического титрования.
- 17. Кулонометрия. Теоретические основы метода. Электролиз и законы Фарадея, выход по току.
- 18.Потенциостатическая и амперостатическая кулонометрия Зависимость силы тока от времени электролиза. Количественный анализ.
- 19. Электрическая проводимость растворов электролитов (электрическая подвижность ионов, числа переноса, удельная, эквивалентная и молярная проводимость).
- 20.Прямой кондуктометрический анализ: применение, преимущества и недостатки.

- 21. Кондуктометрическое титрование, вид кривых титрования.
- 22.Шкала электромагнитных волн и классификация спектральных методов анализа. Измеряемые величины в спектрофотометрии.
- 23.Классификация спектральных методов, основанных на испускании и поглощении энергии веществом.
- 24.Спектры испускания и поглощения. Атомные спектры в оптическом диапазоне шкалы электромагнитных волн.
- 25. Молекулярные спектры испускания и поглощения.
- 26. Возбуждение спектров и интенсивность спектральных линий
- 27. Количественные закономерности поглощения электромагнитного излучения веществом. Причины отклонения от закона Ламберта-Бугера-Бера.
- 28. Методы измерения оптической плотности растворов.
- 29. Молекулярная спектрофотометрия в УФ и видимой области спектра. Оптическая схема приборов.
- 30. Атомные спектры и их возбуждение. Принципы атомно-эмиссионного, атомно-абсорбционного спектрального анализа.
- 31.Пламенная фотометрия и атомно-эмиссионная спектрометрия. Основы метода, область применения.
- 32. Атомно-абсорбционная спектрометрия. Основы метода. Спектральные источники.
- 33. Блок-схемы и параметры приборов для атомного спектрального анализа. Устройства атомизации и возбуждения спектров.
- 34.Инструментальная хроматография. Классификация хроматографических методов и область их применения.
- 35. Процессы, приводящие к разделению компонентов смеси, и критерии разделения в хроматографии.
- 36. Хроматографические параметры. Идентификация компонентов смеси.
- 37. Количественный хроматографический анализ. Методы нормировки, внешнего и внутреннего стандарта.
- 38. Концепция теоретических тарелок. Уравнение Джеймса и Мартина.
- 39. Теория удерживания (хроматографической подвижности). Уравнение Ван-Деемтера.
- 40. Блок-схема хроматографа и назначение отдельных блоков.
- 41. Детекторы для газовой и жидкостной хроматографии.
- 42.Системы радиационного контроля загрязнения окружающей среды.
- 43. Дозиметры. Измеритель мощности дозы (рентгенометр). Измеритель мощности экспозиционной дозы Г-излучения.
- 44.Радиометр-дозиметр. Радиометры для измерения α-загрязненности поверхностей.
- 45. Контроль внешнего облучения персонала. Основная цель индивидуального дозиметрического контроля внешнего ионизирующего излучения.
  - б) Критерии оценивания компетенций (результатов):

Зачетные вопросы направлены на выявление уровня освоения обучающимися знаний, умений и навыков по компетенциям курса ИМА РиХЗ. Данные вопросы позволяют оценить степень освоения компетенции:

- свободное владение теоретическим материалом по дисциплине;
- правильное применение специальной терминологии;
- владение и практическое применение межпредметных связей;
- иллюстрирование теоретических положений конкретными примерами.

В установленное время обучающиеся должны дать развернутый ответ на предлагаемые вопросы. При проверке отдельно учитываются результаты по разделам изучаемой дисциплины.

#### в) Описание шкалы оценивания:

На зачет выносятся основные теоретические вопросы по дисциплине и практико-ориентированные вопросы для проверки практических навыков и умения применять полученные знания в области безопасности жизнедеятельности. Зачет сдается устно, по билетам, в которых представлено 2 теоретических и 1 практико-ориентированный вопрос из типового перечня.

#### Зачтено с оценкой «Отлично» (36-40 баллов) ставится, если:

- 1. Полно раскрыто содержание материала билета;
- 2. Материал изложен грамотно, в определенной логической последовательности, точно используется терминология;
- 3. Показано умение иллюстрировать теоретические положения конкретными примерами, картами, применять их в новой ситуации;
- 4. Продемонстрировано усвоение ранее изученных сопутствующих вопросов, сформированность и устойчивость компетенций, умений и навыков;
- 5. Ответ прозвучал самостоятельно, без наводящих вопросов;
- 6. Допущены одна две неточности при освещении второстепенных вопросов, которые исправляются по замечанию.

### Зачтено с оценкой «Хорошо» (30 – 35 баллов) ставится, если:

ответ удовлетворяет в основном требованиям на оценку «5», но при этом имеет один из недостатков:

- 1. В изложении допущены небольшие пробелы, не исказившие содержание ответа;
- 2. Допущены один два недочета при освещении основного содержания ответа, исправленные по замечанию экзаменатора;
- 3. Допущены ошибка или более двух недочетов при освещении второстепенных вопросов, которые легко исправляются по замечанию экзаменатора;

#### Зачтено с оценкой «Удовлетворительно» (25-29 баллов) ставится, если:

- 1. Неполно или непоследовательно раскрыто содержание материала, но показано общее понимание вопроса и продемонстрированы умения, достаточные для дальнейшего усвоения материала;
- 2. Имелись затруднения или допущены ошибки в определении понятий, использовании терминологии, исправленные после нескольких наводящих вопросов;
- 3. При неполном знании теоретического и практического материала выявлена недостаточная сформированность компетенций, умений и навыков, студент не может применить теорию в новой ситуации.

Незачтено с оценкой «Неудовлетворительно» (24 и меньше баллов) ставится,

#### если:

- 1. Не раскрыто основное содержание вопросов в билете;
- 2. Обнаружено незнание или непонимание большей или наиболее важной части учебного материала, касающегося вопросов в билете;
- 3. Допущены ошибки в определении понятий, при использовании терминологии, которые не исправлены после нескольких наводящих вопросов.

#### 6.2.2. Лабораторная работа

а) типовые задания (вопросы) - образец:

Лабораторная работа № 1. Определение фторид - иона (хлор-иона) в природных водах с использованием ионоселективного электрода.

- б) критерии оценивания компетенций (результатов):
  - правильность расчетов;
  - грамотный и аргументированный вывод по работе;
  - уровень понимания основных терминов ИМА РиХЗ;
  - оформление лабораторных журналов;
  - правильные ответы на контрольные вопросы к работе (успешная защита работы перед преподавателем).

Лабораторная работа оценивается по 5-балльной шкале.

в) описание шкалы оценивания:

Оценивание лабораторных работ проводится по принципу «зачтено» (от 3 до 5 баллов) / «не зачтено» (меньше 3 баллов).

Лабораторная работа считается принятой (оценка «зачтено») при условии выполнения всех необходимых измерений и расчетов, а также успешном прохождении процедуры защиты (ответы на предложенные вопросы).

#### 6.2.3. Задачи

а) типовые задания (вопросы) - образец:

Ячейка состоит из Pb электрода, погруженного в 0.015М раствор  $(CH_3COO)_2$ Pb, и Cd электрода, погруженного в 0.021М раствор CdSO<sub>4</sub>. Растворы соединены солевым мостиком, заполненным  $NH_4NO_3$ . Каков потенциал ячейки при  $25^{\circ}$ C? (Коэффициенты активности ионов в обоих растворах можно считать равными).

б) критерии оценивания компетенций (результатов):

Система проверки представляет собой перечень критериев, по которым оценивается решение задачи и последующая защита задачи. Каждому критерию соответствует процентное отношение от номинального количества баллов за задачу (см. таблицу).

Процент

1. Ознакомление с условием задачи. В том числе:	25	
<ul> <li>Краткая запись условия.</li> </ul>		
<ul> <li>Использование физической символики.</li> </ul>		
– Запись единиц измерения и перевод их в СИ.		
– Хорошее оформление работы, четкие рисунки и чертежи.	5	
<ul> <li>Нахождение и запись необходимых табличных и дополнительных данных.</li> </ul>		
2. Составление плана решения. В том числе:	25	
– Обоснование выбора физических формул для решения.		
<ul> <li>Рациональный способ решения.</li> </ul>		
– Запись формул.		
3. Осуществление решения. В том числе:		
– Вывод расчетных(ой) формул(ы).	15	
– Умение решить задачу в общем виде.	10	
4. Проверка правильности решения задачи. В том числе:	25	
– Вычисления.		
<ul> <li>Математические операции с единицами измерения физических величин.</li> </ul>		
<ul> <li>Краткое объяснение решения.</li> </ul>	5	
<ul> <li>Оригинальный способ решения.</li> </ul>	5	
<ul> <li>Анализ полученных результатов.</li> </ul>		

#### в) описание шкалы оценивания:

За полностью выполненный этап решения студенту начисляется 25% от номинальной оценки задачи, в противном случае (этап реализован не полностью или совсем не рассматривался) студенту начисляются проценты только за выполненные пункты данного этапа.

Таким образом, чтобы оценить решение задачи необходимо сложить все начисленные студенты проценты, а затем перевести их в баллы.

Максимальное количество баллов, которое может студент получить за решение 1 задачи -3 балла.

# 6.3. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций

Рейтинговая оценка знаний является интегральным показателем качества теоретических и практических знаний и навыков студентов по дисциплине и складывается из оценок, полученных в ходе текущего контроля и промежуточной аттестации.

Текущий контроль в семестре проводится с целью обеспечения своевременной обратной связи, для коррекции обучения, активизации самостоятельной работы студентов.

Промежуточная аттестация предназначена для объективного подтверждения и оценивания достигнутых результатов обучения после завершения изучения дисциплины.

Текущий контроль осуществляется два раза в семестр: контрольная точка № 1 (КТ № 1) и контрольная точка № 2 (КТ № 2).

Результаты текущего контроля и промежуточной аттестации подводятся по шкале балльно-рейтинговой системы.

Вид контроля	Этап рейтинговой системы Балл		алл
	Оценочное средство	Минимум	Максимум
Текущий	Контрольная точка № 1	18	30
-	Оценочное средство № 1.1	3	5
	Лабораторная работа № 1		
	Оценочное средство № 1.2	3	5
	Лабораторная работа № 2		
	Оценочное средство № 1.3	3	5
	Лабораторная работа № 3		
	Оценочное средство № 1.4	3	5
	Лабораторная работа № 4		
	Оценочное средство № 1.5	3	5
	Лабораторная работа № 5		
	Оценочное средство № 1.6	3	5
	Лабораторная работа № 6		
	Контрольная точка № 2	18	30
	Оценочное средство № 2.1	3	5
	Лабораторная работа № 7		
	Оценочное средство № 2.2	3	5
	Лабораторная работа № 8		
	Оценочное средство № 2.3	3	5
	Лабораторная работа № 9		
	Оценочное средство № 2.4 Задачи	9	15
	(5 шт.)		
Промежуточный	Зачет	24	40
	Оценочное средство – Устный	24	40
	опрос		
ИТ	60	100	

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

#### а) основная учебная литература:

- 1. Инструментальные методы в химическом анализе: учеб. пособие для студ. вузов / А.С. Шилина, Н.Б. Эпштейн. М.: НИЯУ МИФИ, 2012. 80 с.
- 2. Круглов С.В., Мельникова Т.В. Лабораторный практикум по курсу «Инструментальные методы анализа». Обнинск: ИАТЭ, 2007. 84 с.
- 3. Аналитическая химия (аналитика) В 2 кн. Кн.2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. Учеб. Для вузов/Ю.Я.Харитонов.-4-е изд. Стер.-М.: Высш. Шк., 2008.
- 4. Кутьков В. А. Радиационная защита персонала организаций атомной отрасли : учеб. пособие для студ. вузов/ В. А. Кутьков, В. В. Ткаченко, В. П. Романцов. -М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011.-400 с.
- 5. Контроль состояния окружающей среды и защита от антропогенных загрязнений : учеб. пособие для студ. вузов/ Л. А. Коваленко [и др.] ; ред. В. В. Скибенко. -2-е изд., стер.. -М.: МЭИ, 2010.-448 с.

### б) дополнительная учебная литература:

- 1. Юинг Д. Инструментальные методы химического анализа. Пер. с англ. М.: Мир, 1989. 608 с.
- 2. Мухина. Е.А. Физико-химические методы анализа. М.: Химия, 1995. -416 с.

# 8. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» (далее - сеть «Интернет»), необходимых для освоения дисциплины

- 1. Химик [Официальный сайт]. URL: <a href="http://www.xumuk.ru/encyklopedia/">http://www.xumuk.ru/encyklopedia/</a>.
- 2. Большая Советская энциклопедия [Официальный сайт]. URL: http://dic.academic.ru/.
- 3. Вихарев А.А., Зуйкова С.А., Чемерис Н.А., Домина Н.Г. <u>Физико-химические методы анализа. Гипертекстовое учебное пособие</u> [Официальный сайт]. URL: http://www.chemastu.ru/chair/study/PCMA/index.html]

#### 9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины

Рекомендации по освоению лекционного материала, подготовке к лекциям

Лекции являются основной формой обучения в высшем учебном заведении. В ходе лекционного курса проводится изложение современных научных материалов, освещение главнейших экологических проблем. В тетради для конспектирования лекций должны быть поля, где по ходу конспектирования делаются необходимые пометки. В конспектах рекомендуется применять сокращения слов, что ускоряет запись.

При «Экология изучении дисциплины рациональное природопользование» понимание важным этапом является того, что формирование нашей экологически грамотных граждан страны, участвующих взаимоотношений процессах оптимизации невозможно без получения глубоких экологических знаний. Экология является теоретической основой рационального природопользования и управления развитием экосистем, биосферы.

При изучении дисциплины необходимо опираться на междисциплинарный подход к явлениям материальной действительности, т.к. в основе его лежат экологические и биологические законы и закономерности.

При изучении дисциплины следует помнить, что лекционные занятия являются направляющими в большом объёме научного материала. Большую часть знаний студент должен набирать самостоятельно из учебников и научной литературы. На мультимедийных лекциях не надо стремиться сразу переписывать содержимое слайдов. Необходимо научиться сопоставлять повествование преподавателя с наглядным представлением, после чего следует законспектировать важные факты в рабочей тетради. Тем более, не стоит таблицы, перерисовывать переписывать схемы мультимедийных лекций. Лучше всего, если вы пометите в конспекте лекций два противоположных или взаимодополняющих примера.

Вопросы, возникшие у Вас в ходе лекций, рекомендуется записывать на полях и после окончания лекции обратиться за разъяснениями к преподавателю.

Необходимо активно работать с конспектом лекции: после окончания лекции рекомендуется перечитать свои записи, внести поправки и дополнения на полях. Конспекты лекций рекомендуется использовать при подготовке к лабораторным занятиям, экзамену, при выполнении самостоятельных заданий. Лекция-беседа

Лекция-беседа или диалог с аудиторией является наиболее распространенной и сравнительно простой формой активного вовлечения студентов в учебный процесс. Эта лекция предполагает непосредственный контакт преподавателя с аудиторией. Преимущество лекции-беседы состоит в том, что она позволяет привлекать внимание студентов к наиболее важным вопросам темы, определять содержание и темп изложения учебного материала с учетом особенностей студентов.

Это самый простой способ индивидуального обучения, построенный на непосредственном контакте сторон. Эффективность лекции-беседы в условиях группового обучения снижается из-за того, что не всегда удается каждого студента вовлечь в двусторонний обмен мнениями. В первую очередь это связано с недостатком времени, даже если группа малочисленна. В то же время групповая беседа позволяет расширить круг мнений сторон, привлечь коллективный опыт и знания, что имеет большое значение в активизации мышления студентов.

Участие слушателей в лекции-беседе можно привлечь различными приемами, например, озадачивание студентов вопросами в начале лекции и по ее ходу. Как уже описывалось в проблемной лекции, вопросы могут быть информационного и проблемного характера для выяснения мнений и уровня осведомленности студентов по рассматриваемой теме, степени их готовности к

восприятию последующего материала. Вопросы адресуются всей аудитории. Студенты отвечают с мест. Если преподаватель замечает, что кто-то из студентов не участвует в ходе беседы, то вопрос можно адресовать лично тому студенту или спросить его мнение по обсуждаемой проблеме. Для экономии времени вопросы рекомендуется формулировать так, чтобы на них можно было давать однозначные ответы. С учетом разногласий или единодушия в ответах преподаватель строит свои дальнейшие рассуждения, имея при этом возможность наиболее доказательно изложить очередное понятие лекционного материала.

Вопросы могут быть как простыми для того, чтобы сосредоточить внимание студентов на отдельных аспектах темы, так и проблемными. Студенты, продумывая ответ на заданный вопрос, получают возможность самостоятельно прийти к тем выводам и обобщениям, которые преподаватель должен был сообщить им в качестве новых знаний, либо понять важность обсуждаемой темы, что повышает интерес и степень восприятия материла студентами.

Во время проведения лекции-беседы преподаватель должен следить, чтобы задаваемые вопросы не оставались без ответов, т.к. они тогда будут носить риторический характер, не обеспечивая достаточной активизации мышления студентов.

Рекомендации по подготовке лабораторных работ

Лабораторные занятия по дисциплине «ИМА РиХЗ» имеют цель закрепить теоретический материал, полученный на лекциях, а также дать практические навыки применения полученных знаний в области инструментальных методов анализа.

При выполнении лабораторных работ используется следующая литература:

1. Круглов С.В., Мельникова Т.В. Лабораторный практикум по курсу «Инструментальные методы анализа». Обнинск: ИАТЭ, 2007. -84 с.

Непосредственно лабораторные работы предусматривают выполнение заданий по узловым и наиболее важным темам учебной программы. В ходе проведения лабораторных занятий студент под руководством преподавателя выполняет комплекс заданий, позволяющих закрепить лекционный материал по изучаемой теме.

Прежде чем приступить к выполнению работы, необходимо прочитать ход выполнения работы, ещё раз проговорить его с преподавателем. Для выполнения лабораторных работ студент должен иметь рабочую тетрадь, ручку, калькулятор (с функцией расчета интегралов, логарифмов, корня различных степеней), карточки с формулами, рассмотренными на лекциях.

Все лабораторные работы студенты оформляют в отдельной тетради – рабочем журнале — либо используют заранее подготовленные распечатки электронного рабочего журнала, в которые заносят результаты и расчеты.

По каждой выполненной работе отчет составляется студентом индивидуально и предоставляется преподавателю для проверки.

План составления отчета:

- 1) дата выполнения работы;
- 2) название работы;
- 3) цель работы;
- 4) сущность работы (кратко);

- 5) используемые реагенты;
- 6) посуда и оборудование, необходимые для выполнения работы;
- 7) ход выполнения работы (кратко основные операции);
- 8) экспериментальные данные (очень подробно, с соблюдением всех правил записи результатов и единиц измерений);
- 9) графики на миллиметровой бумаге или в компьютерном исполнении (если используется графический способ нахождения неизвестной концентрации);
- 10) расчет результатов анализа (подробно, с пояснениями), в т. ч. с применением методов математической обработки данных;
- 11) оценка погрешности определения (после проверки результата преподавателем);
- 12) выводы по исследовательской части работы (если требуется).

Лабораторная работа считается выполненной успешно, если погрешность определения не превышает допустимых значений.

Рабочие растворы можно выливать только после проверки результата преподавателем.

Следует обратить особое внимание на недопустимость записи результатов анализа на отдельных листочках или черновиках! Результаты измерений и расчеты следует сразу заносить в рабочий журнал!

#### Рекомендации по организации самостоятельной работы

Согласно учебному плану дисциплины «ИМА РиХЗ» ряд вопросов общей программы вынесен для самостоятельной проработки с последующей проверкой полученных знаний и их закрепления на практических занятиях.

Самостоятельная работа включает изучение литературы, поиск информации в сети Интернет, подготовку к практическим занятиям и зачету.

При подготовке к практическим занятиям необходимо ознакомиться с литературой, рекомендованной преподавателем, и конспектом лекций. Необходимо разобраться в основных понятиях.

### Рекомендации по подготовке к зачету

Подготовку к зачету необходимо начинать заранее. Следует проанализировать научный и методический материал учебников, учебнометодических пособий, конспекты лекций. Знать формулировки терминов и уметь их чётко воспроизводить. Ответы на вопросы из примерного перечня вопросов для подготовки к зачету лучше обдумать заранее. Ответы построить в чёткой и лаконичной форме.

10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине, включая перечень программного обеспечения и информационных справочных систем (при необходимости)

# 11. Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине

Инструментальные методы анализа

Лекции:

Учебная аудитория (№№)

Мультимедиа-проектор

Проекционный экран

Ноутбук

Доска для написания мелом

Акустическая система

Аппаратура, обеспечивающая

звуковоспроизведение при проведении

практических занятий

Лабораторные работы:

Учебная лаборатория «Методы инструментального анализа объектов окружающей среды» (№ 608)

Автоматические пипетки

Блок питания газовый

Beсы AR 2140 OHAUS

Beсы AR 520 OHAUS

Иономер И-160

Иономер-кондуктомер

источник Б5-45А

Колонка для миллихром-4 2\*8, нуклеосил

Колонка для миллихром-4 2\*8,силасорб

Колонна Синософт 600

компьютер Р-166

Кондиционер бытовой БК 1800

Магнитная мешалка ПЭ 6100

Магнитная мешалка с подогревом ПЭ 6110

Микродозатор 1-но канальный

Милливольтметр Б7-38

Многофункциональный комплект «Чемодан»

Мост переменного тока Р5016

Осциллограф С8-17/207

Прибор СВА

Принтер Нр-1320

рН-метр Анион 4100

рН-метр МАРК 901

Самописец Н-391

Спектрофотометр

Спектрофотометр UVmini-1240

Стерилизатор паровой ГК-10-01

Устройство для колонок

Фотометр фотоэлектрический

Хроматограф 3700-02с Т3-4620 Хроматограф жидкостной Учебная лаборатория «Химия окружающей среды» (№612) Бидистиллятор БС (комплект) Бидистиллятор БС (комплект) стеклянный Орбитальный шейкер OS-20 с универсальной платформой Перекачивающая система-3010 Ультразвуковая ванна УЗВ1-0,16/37 Шкаф вытяжной ЛК-1200 ШВП (керамика) + (кран) + (раков. 250х100мм) + вытяжка 2Шкаф вытяжной ЛК-1800 ШВП (керамика) +  $(\kappa pah) + (pakob. 250x100mm) +$ нагреват.панель+ вытяжка 2 Учебная лаборатория « Биотестирования» (№ 610) Доска ДКМ 2 Колориметр фотоэлектрический КФК-2МП Милливольтметр рН-121 рН-метр иономер Экотест-120 портативный микропроцессорный с набором ионоселективных электродов Стерилизатор ГП-80 Холодильник Стинол

#### 12. Иные сведения и (или) материалы

12.1. Перечень образовательных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине

<b>№</b> ПП	Наименование темы дисциплины	Вид занятий (лекция, семинары, практические занятия)	Количество ак. ч.	Наименование активных и интерактивных форм проведения занятий
1	Тема 1.1. Понятие инструментальные методы анализа	Лекция	1	Лекция-беседа
2	Тема 1.2. Метрологические характеристики, используемые в ИМА РиХЗ	Лекция	1	Лекция-беседа

3	Тема 1.3. Критерии оценки правильности результатов аналитических измерений. Статистическая обработка результатов анализа	Лекция	1	Лекция-беседа
4	Тема 1.4. Способы измерения аналитических сигналов	Лекция	1	Лекция-беседа
5	Тема 2.1. Потенциометрия и вольтамперометрия	Лекция	2	Лекция-беседа
6	Тема 2.2. Кондуктометрия и кулонометрия	Лекция	1	Лекция-беседа
7	Тема 3.1. Фотоколометрия и спектрофотометрия	Лекция	2	Лекция-беседа
8	Тема 3.2. Атомно- абсорбционная и эмиссионная спектрометрия	Лекция	2	Лекция-беседа
9	Тема 4.2. Хромато- масс-спектрометрия	Лекция	1	Лекция-беседа

Все занятия (лекции и лабораторные занятия), не перечисленные выше проводятся в традиционной форме.

# 12.2. Формы организации самостоятельной работы обучающихся (темы, выносимые для самостоятельного изучения; вопросы для самоконтроля; типовые задания для самопроверки

**Абсорбционный спектральный анализ в ИК области.** Валентные и деформационные колебания, характеристические частоты. Оптическая схема приборов, техника измерений. Идентификация структуры химических соединений по характеристическим частотам в ИК спектре (качественный анализ). Количественный анализ.

Спектрометрия комбинационного рассеяния (КР-спектрометрия). Теоретические основы метода. Упругое и неупругое рассеяние света. Техника измерений. Достоинства и недостатки метода, область применения. Использование лазеров в качестве спектральных источников.

**Атомно-флуоресцентная спектрометрия.** Основы метода. Резонансная и нерезонансная флуоресценция. Гашение флуоресценции. Область применения.

**Рентгеноспектральный анализ.** Основы метода. Техника измерений. Область применения, достоинства и недостатки.

Радиоспектроскопические методы анализа. Явления резонансного поглощения энергии. Электронный парамагнитный резонанс (ЭПР) и его применения для анализа природных объектов. Ядерный магнитный резонанс (ЯМР) высокого разрешения. Характеристики спектра: химический сдвиг, спин-спиновое расщепление. Двойной резонанс. Область применения метода.

Форма контроля: дополнительные вопросы при защите лабораторных работ.

#### 12.3. Краткий терминологический словарь

**Инструментальные методы анализа** - количественные аналитические методы, для выполнения которых требуется электрохимическая оптическая, радиохимическая и иная аппаратура. К инструментальным методам анализа обычно относят:

- электрохимические методы потенциометрию, полярографию, кондуктометрию и др.;
- методы, основанные на испускании или поглощении излучения,— эмиссионный спектральный анализ, фотометрические методы, рентгеноспектральный анализ и др.;
- масс-спектральный анализ;
- методы, основанные на измерении радиоактивности.

Электрохимические методы анализа - совокупность методов качественного и количественного анализа, основанных на электрохимических явлениях, происходящих в исследуемой среде или на границе раздела фаз и связанных с изменением структуры, химического состава или концентрации анализируемого вещества. Электрохимические методы анализа делятся на пять основных групп: потенциометрию, вольтамперометрию, кулонометрию, кондуктометрию и диэлектрометрию.

Электролитической ячейкой называется система, в которой за счет приложенного извне электрического тока происходят химические превращения веществ на электродах.

**Гальванический элемент** — система, в которой за счет химических превращений веществ на электродах возникает электрический ток во внешней цепи.

**Потенциометрический метод** анализа основан на использовании зависимости электродвижущей силы (ЭДС) электрохимической цепи от активности (концентрации) анализируемого иона.

**Линейная область электродной функции** — интервал линейной зависимости потенциала от активности (концентрации) потенциалопределяющих ионов.

**Крутизна электродной функции S** — угловой коэффициент наклона градуировочного графика E— $pa_i$  (E— $pc_i$ ) к оси абсцисс.

Предел обнаружения - мера содержания или массы определяемого элемента, выше которой его наличие в определяем ом растворе можно обнаружить с определенной статистической вероятностью по сравнению с «х олостым», т.е. не содержащим определяемого элемента, раствором.

Время отклика — время достижения стационарного потенциала.

**Вольтамперометрия**, совокупность электрохимических методов исследования и анализа, основанных на изучении зависимости силы тока в электролитической ячейке от потенциала погруженного в анализируемый раствор индикаторного микроэлектрода, на котором реагирует исследуемое электрохимически активное (электроактивное) вещество.

Кулонометрия объединяет методы анализа, основанные на измерении количества вещества, выделяющегося на электроде В процессе электрохимической реакции в соответствии Фарадея законами. кулонометрии потенциал рабочего электрода отличается от равновесного Различают потенциостатическую гальваностатическую значения. И кулонометрию, причём последняя включает прямой и инверсионный методы, электроанализ и кулонометрическое титрование.

К кондуктометрии относятся методы, В которых измеряют электропроводность электролитов (водных и неводных растворов, коллоидных систем, расплавов, твёрдых веществ). Кондуктометрический анализ основан на изменении концентрации вещества или химического состава среды межэлектродном пространстве; он не связан с потенциалом электрода, который обычно близок к равновесному значению. Кондуктометрия включает прямые методы анализа (используемые, например, в солемерах) и косвенные (например, в газовом анализе) с применением постоянного или переменного тока (низкой и хронокондуктометрию, высокой частоты), низкочастотное также высокочастотное титрование.

методов Спектральный анализ совокупность качественного количественного определения состава объекта, основанная на изучении спектров взаимодействия материи с излучением, включая спектры электромагнитного акустических волн, излучения, распределения ПО массам элементарных частиц и др. В зависимости от целей анализа и типов спектров выделяют несколько методов спектрального анализа. Атомный и молекулярный спектральный анализы позволяют определять элементный и молекулярный состав вещества, соответственно. В эмиссионном и абсорбционном методах состав определяется по спектрам испускания и поглощения. Масс-спектрометрический анализ осуществляется по спектрам масс атомарных или молекулярных ионов и позволяет определять изотопный состав объекта.

Эмиссионными называют спектры, испускаемые термически возбужденными частицами. Спектры испускания, возбужденные нетермическим

способом (например, при воздействии на вещество видимого света, рентгеновского или гамма-излучения, электрического поля или потока заряженных частиц) принято называть спектрами люминесценции.

**Атомные спектры**. Особенностью атомных спектров является их *линейчатая структура*: они состоят из большого числа дискретных спектральных линий, объединяемых в отдельные спектральные серии. Положение линий в пределах каждой серии подчиняется определенным закономерностям, характерным для атомов каждого элемента. *Изучая атомные спектры, можно установить наличие тех или иных химических элементов в образце*.

**Молекулярные спектры** значительно сложнее атомных спектров и обусловлены не только электронными переходами, но и колебаниями атомных ядер в молекуле, а также вращательным движением самой молекулы вокруг некоторого направления или точки. В соответствии с возможными типами движений в молекуле, ее полная энергия E приближенно равна сумме энергий электронных переходов  $E_e$ , колебательных  $E_v$  и вращательных  $E_r$  движений.

Спектрофотометрия (абсорбционная) — физико-химический метод исследования растворов и твёрдых веществ, основанный на изучении спектров поглощения в ультрафиолетовой (200—400 нм), видимой (400—760 нм) и инфракрасной (>760 нм) областях спектра. Основная зависимость, изучаемая в спектрофотометрии зависимость интенсивности поглощения падающего света от длины волны. Спектрофотометрия широко применяется при изучении строения и состава различных соединений (комплексов, красителей, аналитических реагентов и др.), для качественного и количественного определения веществ (определения следов элементов в металлах, сплавах, технических объектах). Приборы спектрофотометрии — спектрофотометры.

**Молекулярно-абсорбционный анализ** включает фотоколориметрический и спектрофотометрический методы, базирующиеся на общем принципе — использовании пропорциональной зависимости между светопоглощением и концентрацией поглощающего вещества.

**Фотоколориметрия** — количественное определение концентрации вещества по поглощению света в видимой и ближней ультрафиолетовой области спектра. Поглощение света измеряют на фотоэлектрических колориметрах.

Инфракрасная спектроскопия (ИКС) — раздел спектроскопии, охватывающий длинноволновую область спектра (>730 нм за красной границей видимого света). Инфракрасные спектры возникают в результате колебательного (отчасти вращательного) движения молекул, а именно — в результате переходов между колебательными уровнями основного электронного состояния молекул. ИК радиацию поглощают многие газы, за исключением таких как O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, Cl<sub>2</sub> и одноатомных газов. Поглощение происходит на длине волны, характерной для каждого определенного газа, для СО, например, таковой является длина волны 4,7 мкм.

**Хроматография** — физико-химический метод разделения смеси, основанный на различных скоростях движения и размывания концентрационных зон веществ, перемещающихся в потоке подвижной фазы ( $\Pi\Phi$ ) вдоль слоя неподвижной фазы ( $\Pi\Phi$ ), причем вещества находятся в обеих фазах. Необходимым условием эффективного разделения веществ являются различия в

их равновесном распределении между  $\Pi\Phi$  и  $H\Phi$  или в кинетике достижения равновесного распределения.

**Время удерживания**  $t_R$  — время от момента ввода пробы до регистрации максимума пика. Оно складывается из времени пребывания компонента в подвижной  $(t_m)$  и неподвижной  $(t_s)$  фазах:

$$t_R = t_m + t_s$$
.

Величина  $t_m$  одинакова для всех составляющих смеси и называется *мертвым* временем колонки или временем выхода неудерживаемого вещества (обычно определяется экспериментально). Произведение  $t_m$  и объемной скорости элюента v дает свободный объем колонки — объем, незанятый неподвижной фазой.

**Приведенное (исправленное) время удерживания**  $t'_R$  — время выхода любого компонента за вычетом  $t_m$  (т.е. истинное время нахождения вещества в неподвижной фазе):

$$t'_R = t_R - t_m$$
.

**Относительное время удерживания**  $\alpha$  – исправленное время удерживания хроматографируемого вещества  $(t'_R)$ , отнесенное к исправленному времени удерживания вещества, используемого в качестве стандарта  $(t'_{Rst})$ :

$$\alpha = (t_R - t_m)/(t_{Rst} - t_m) = t'_R/t'_{Rst} = K_{di}/K_{dst}$$

где  $t_{Ri}$  и  $t_{Rst}$  — время удерживания i-го вещества и стандарта;  $t'_{Ri}$  и  $t'_{Rst}$  — исправленное время удерживания i-го вещества и стандарта;  $t_m$  — мертвое время колонки;  $K_{di}$  и  $K_{dst}$  — коэффициенты распределения i-го вещества и стандарта:

$$K_d = C_s/C_m$$
,

где  $C_s$ , и  $C_m$  — концентрация i-го вещества в неподвижной и подвижной фазах.  $K_d$  — термодинамическая величина: каждое вещество характеризуется постоянным коэффициентом распределения при определенной температуре колонки.

**Индекс удерживания**  $I_i$ , (индекс Ковача) — логарифмическая функция относительного времени удерживания:

$$I_{ri} = 100z + (t'_{Ri}/t'_{Rz}),$$

где  $t'_{Ri}$  и  $t'_{Rz}$  — приведенное время удерживания i-го вещества и стандарта (например, алкана) с числом углеродных атомов z, причем  $t'_{R(z+1)} > t'_{Rz} > t'_{Rz}$ .

**Коэффициент** удерживания R — фактор задержки, определяемый как отношение скорости движения вещества к скорости движения подвижной фазы:

$$R = \frac{L/t_R}{L/t_m} = \frac{t_m}{t_R} = \frac{V_m}{V_R}$$

**Масс-спектрометрия**— метод исследования вещества путём определения отношения массы к заряду и количества заряженных частиц, образующихся при том или ином процессе воздействия на вещество.