

**И.Н.Дмитревич, Г.Ф.Пругло
О.В.Фёдорова, А.А.Комиссаренков**

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА**

Часть II

Оптические методы анализа

**Учебное пособие
для студентов заочной формы обучения**

Санкт-Петербург

2014

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

«САНКТ – ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
РАСТИТЕЛЬНЫХ ПОЛИМЕРОВ»

И.Н.Дмитревич, Г.Ф.Пругло,
О.В.Фёдорова, А.А.Комиссаренков

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ **АНАЛИЗА**

Часть II

Оптические методы анализа

Учебное пособие
для студентов заочной формы обучения

Санкт-Петербург

2014

УДК 543.257.1 (07. 07)

П 17

ББК 543.257.1 (075)

ДМИТРЕВИЧ И.Н., ПРУГЛО Г.Ф., ФЁДОРОВА О. В., КОМИССА-РЕНКОВ А.А. Физико-химические методы анализа. Ч.II. Оптические методы анализа: учебное пособие для студентов заочной формы обучения/ СПбГТУРП. - СПб., 2014.- 39 с.

В учебном пособии изложены теоретические основы оптических методов анализа: фотометрии и спектрофотометрии, а также вопросы для самопроверки в виде тестов при изучении курса «Физико-химические методы анализа». Учебное пособие предназначено для студентов заочной формы обучения химико-технологического и инженерно-экологического факультетов, проходящих подготовку по направлениям: 18.03.01 «Химическая технология», 18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии», 15.03.04 «Автоматизация технологических процессов и производств», а также для магистров, обучающихся по направлению «Химическая технология», и для специалистов в области аналитической химии.

Рецензенты: канд. хим. наук, доцент кафедры физической и коллоидной химии СПб ГТУРП И.И. Осовская;
канд. хим. наук, профессор кафедры гражданского строительства и прикладной химии СПб ГПУ А.И. Шишкин.

Рекомендовано к изданию Редакционно-издательским советом в качестве учебного пособия.

- © И.Н.Дмитревич, Г.Ф.Пругло, О.В.Фёдорова, А.А.Комиссаренков, 2014
- © Санкт-Петербургский государственный технологический университет растительных полимеров, 2014

1. КЛАССИФИКАЦИЯ ОПТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

В курсе «Физико-химические методы анализа» рассматриваются методы спектроскопии, основанные на использовании излучения оптического диапазона шкалы электромагнитных волн. Их называют оптическими методами анализа.

Оптические методы анализа являются важнейшим разделом спектроскопии, использующейся в научных исследованиях, в любой отрасли промышленности, в космических исследованиях. Спектроскопические методы анализа основаны на способности атомов и молекул вещества испускать, поглощать или рассеивать электромагнитное излучение. Изменение интенсивности электромагнитного излучения после взаимодействия с веществом связано с качественным и количественным составом вещества, что обуславливает широкое распространение и интенсивное развитие методов спектроскопии в анализе.

В число оптических методов входят:

- молекулярно-абсорбционный спектральный анализ, основанный на измерении ослабления светового потока, происходящего вследствие избирательного поглощения света анализируемым веществом (системой) - фотоколориметрия, спектрофотометрия, инфракрасная (ИК-) и ультрафиолетовая (УФ-) спектроскопия;
- атомная спектроскопия, использующая спектры испускания или поглощения вещества после перевода его в атомарное состояние внешним высокоэнергетическим воздействием — эмиссионная и абсорбционная атомная спектроскопия, пламенная фотометрия;
- рефрактометрический анализ, основанный на зависимости показателя преломления света от природы и концентрации вещества;

- люминесцентный анализ, в основе которого лежит зависимость интенсивности свечения вещества при поглощении внешней энергии от его состава - флуоресценция, катодолюминесценция, хемилюминесценция.

Поскольку свет имеет двойственную природу – волновую и корпускулярную, для его описания используют волновые и квантовые характеристики. К волновым характеристикам относятся частота колебаний (ν), длина волны (λ) и волновое число (ν'), к квантовым – энергия фотона (квант света) (E).

Длина волны и частота связаны между собой соотношением

$$\nu = c/\lambda,$$

где c – скорость света.

Величину, обратную длине волны, называют волновым числом – ν' и выражают обычно в обратных сантиметрах (см^{-1}).

Энергия электромагнитного излучения определяется соотношением

$$E = h \cdot \nu,$$

где h – постоянная Планка, равная $6,62 \cdot 10^{-34}$ Дж · с.

Оптические методы анализа основаны на изучении взаимодействия электромагнитного излучения с атомами или молекулами вещества, сопровождающегося излучением, поглощением или отражением лучистой энергии.

Методы, сопровождающиеся излучением энергии, называются эмиссионными. Эти методы основаны на изучении спектра излучения, который возникает при переходе электрона из возбужденного состояния в основное.

Эмиссионная спектроскопия требует перевода анализируемого вещества в атомарное состояние. Это может быть осуществлено либо пламенем газовой горелки (2000 – 5000 °C), либо электрической дугой (5000 – 7000 °C) или высоковольтной искрой (7000 – 15000 °C). При таких температурах валентные электроны атомов переходят на более высокие

энергетические уровни и через короткий промежуток времени возвращаются в основное состояние. При этом выделяется квант лучистой энергии. Свет, излучаемый атомами, проходя через призму спектрографа, преломляется и разлагается на компоненты. В результате наблюдается так называемый “линейчатый” спектр. Линейчатый спектр каждого элемента – это паспорт данного элемента. Каждый элемент уникален по набору квантовых чисел – n , l , m и s . У каждого элемента есть свой набор “характеристических” линий (линии наиболее вероятных переходов), что является качественной характеристикой.

В эмиссионной пламенной фотометрии используется свойство легко возбуждаемых в пламени газовой горелки элементов (щелочные, щелочно-земельные и некоторые переходные металлы) давать окрашенное пламя, т.е. получать характеристические линии в видимой части света (400–760 нм). Интенсивность излучения, как правило, прямо пропорциональна концентрации определяемого элемента.

Методы, основанные на поглощении лучистой энергии, получили название абсорбционных методов. Различают молекулярно-абсорбционный анализ и атомно-абсорбционный анализ. Качественный и количественный анализ проводят по спектрам поглощения – зависимости величины светопоглощения от характеристики падающего света (λ , ν , ν').

2. ПОГЛОЩЕНИЕ СВЕТА ВЕЩЕСТВОМ

2.1. Классификация абсорбционных методов анализа

Абсорбционный спектральный анализ основан на измерении ослабления светового потока, происходящего вследствие избирательного поглощения света анализируемым веществом (системой).

Абсорбционный спектральный анализ проводят в различных областях спектра:

- в видимой области спектра ($\lambda = 400\text{--}760$ нм, $\nu = 4\cdot 10^{14} \text{--} 7,6\cdot 10^{14} \text{ с}^{-1}$, $\nu' = 2,5\cdot 10^4 \text{--} 1,3\cdot 10^5 \text{ см}^{-1}$) - фотометрия и спектрофотометрия;

- в инфракрасной области ($\lambda = 760\text{--}1100$ нм, $\nu = 7,6\cdot 10^{13} \text{--} 1,1\cdot 10^{14} \text{ с}^{-1}$, $\nu' = 2,5\cdot 10^3 \text{--} 9,0\cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$) - ИК - спектроскопия;

- в ультрафиолетовой области спектра ($\lambda = 200 \text{--} 400$ нм, $\nu = 2,0\cdot 10^{15} \text{--} 4\cdot 10^{15} \text{ с}^{-1}$, $\nu' = 5\cdot 10^4 \text{--} 1,3\cdot 10^5 \text{ см}^{-1}$) - УФ - спектроскопия.

При взаимодействии белого света (всех световых лучей в диапазоне 400-760 нм) с различными телами наблюдается следующее:

1) все лучи проходят сквозь прозрачное тело - оно кажется бесцветным;

2) все лучи отражаются от непрозрачного - тело кажется белым;

3) все лучи полностью поглощаются - тело кажется черным;

4) все лучи частично поглощаются – тело серое;

5) тело избирательно поглощает некоторые лучи видимой части спектра, остальные проходят сквозь него либо отражаются телом – тело кажется цветным, и цвет определяется воздействием всех световых лучей за вычетом поглощенных, так называемый дополнительный цвет. Например, если тело поглощает свет с длиной волны 500-560 нм (зеленый свет), его цвет кажется пурпурным и складывается из воздействия на глаз лучей с длиной волны 400-500 нм и 560-760 нм.

Причиной поглощения света веществом является увеличение внутренней энергии вещества за счет энергии проходящего через вещество

$$\text{света: } E = h \nu = hc/\lambda.$$

При прохождении излучения через прозрачный слой твердого тела, жидкости или газа происходит селективное (избирательное) поглощение (абсорбция) излучения с определенными частотами. Электромагнитная энергия излучения передается атомам и молекулам вещества и переводит их из основного в возбужденное энергетическое состояние, что можно выразить следующим образом:

$$E_0 + h \nu = E_1.$$

Внутренняя энергия вещества складывается из суммы вращательного движения молекул вокруг центра тяжести, колебательного движения атомов в молекулах и энергии движения электронов в атоме:

$$E_{\text{внутр}} = E_{\text{вращат}} + E_{\text{колеб}} + E_{\text{эл.}}$$

Соотношение величин энергий: 1:100:1000.

Каждый вид внутренней энергии молекулы имеет квантовый характер и может быть охарактеризован определённым набором энергетических уровней, присущих данному веществу. Этим обусловлено избирательное поглощение света веществом, когда интенсивно поглощаются кванты света, энергия которых равна энергии возбуждения молекулы или атома. Таким образом, каждое вещество характеризуется своим спектром поглощения - графиком зависимости светопоглощения от характеристики падающего излучения (λ , ν , ν'). Спектры поглощения имеют вид полос, имеющих максимум (пик), по расположению которых на оси (λ , ν , ν') проводят качественный анализ, а по величине пика - количественный анализ.

Различают атомную и молекулярную абсорбцию. При поглощении света веществом, содержащим атомы одного типа (например, пары ртути или натрия), поглощается лишь энергия УФ излучения, достаточная для перевода электрона на более высокий уровень, так как атом обладает только одной составляющей внутренней энергии: $E_{\text{внутр}} = E_{\text{эл.}}$, при этом в поглощении участвуют валентные электроны, характеризующие определенный элемент. Поэтому спектр атома содержит ограниченное число пиков, которые используют для идентификации элементов (качественный анализ). По величине пика определяют содержание вещества (количественный анализ).

Метод атомно-абсорбционной спектроскопии широко используется в экоаналитических лабораториях (несмотря на высокую стоимость прибора – атомно-абсорбционного спектрометра), обладает высокой избирательностью,

чувствительностью, скоростью анализа, простотой и удобством анализа. Можно определить до 70 компонентов за несколько минут (10^{-4} - 10^{-10} %).

Атомную абсорбцию света веществом, состоящим из молекул, проводят после предварительной атомизации вещества – процесса, при котором молекулы распадаются на атомы и ионы, существующие в газообразном состоянии. Атомизацию проводят в пламени, электрической дуге, искре. Спектры поглощения возникают при поглощении атомной плазмой (паром) энергии, соответствующей энергии характеристических электронных переходов из основного состояния в возбужденное.

Поглощение света атомным паром описывается уравнением

$$I_n = I_0 \cdot e^{-\kappa l},$$

где I_0 - интенсивность падающего света,

I_n - интенсивность прошедшего света,

l – длина пламени (толщина слоя атомного пара),

κ - коэффициент поглощения на единицу длины, пропорционален концентрации электронов, находящихся на нижнем уровне E_0 .

Молекулярные спектры поглощения представляют собой ряд пиков, которые могут быть симметричными или несимметричными. Спектр имеет следующие характеристики: число максимумов (или пиков), их положение по шкале длин волн (или частот), высота максимума, форма пика. На рис. 1 представлен вид спектральной кривой в различных областях спектра.

Появление полос поглощения, обусловленное дискретностью энергетических состояний поглощающих частиц и квантовой природой электромагнитного излучения, связано с поглощением определённого количества энергии, т.е. с увеличением внутренней энергии молекул, при этом меняется величина или направление электрического дипольного момента молекулы.

Механизм взаимодействия электромагнитного излучения с веществом в каждой области спектра имеет свой характер, что обуславливает различный вклад отдельных составляющих в увеличение внутренней энергии.

В ИК - области поглощается сравнительно небольшая энергия излучения от 3 до 60 кДж/моль (0,7-14 ккал/моль), которой достаточно лишь для изменения $E_{\text{колеб}}$ и $E_{\text{вращат}}$.

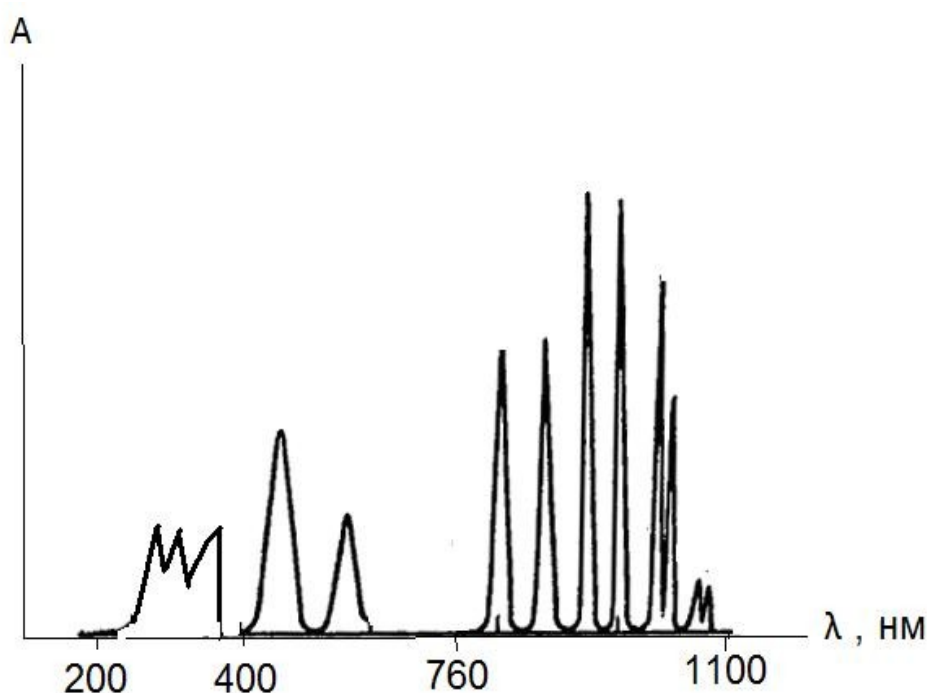


Рис. 1. Вид спектральной кривой в УФ -, видимой и ИК- областях спектра

Каждая молекула характеризуется нормальными колебаниями, при которых не меняется положение центра тяжести. При нормальных условиях молекула находится в низших электронном и колебательном состояниях. Энергетические колебательные состояния характеризуются направлениями, частотами и амплитудами движения атомов в молекуле.

В зависимости от того, меняются ли при возбуждении колебаний расстояния между атомами или валентные углы, их обозначают как

валентные (**n**) или деформационные (**d**) колебания. Они являются характеристическими для определенных групп атомов в молекулах.

Нормальные колебания делятся на два класса:

- скелетные колебания, затрагивающие все атомы, составляющие молекулу, в одинаковой степени; их частоты приходятся на область 1400 - 700 см^{-1} ;

- колебания характеристических групп, которые относятся к колебаниям отдельных частей молекулы, например, C–H при $\nu' = 2800 \text{ см}^{-1}$, C=C при $\nu' = 1650 \text{ см}^{-1}$, >C=O при $\nu' = 1700 \text{ см}^{-1}$, –OH при $\nu' = 3500 \text{ см}^{-1}$.

Вращательные и колебательные спектры поглощения имеют вид узких полос, индивидуальны для определяемых веществ и служат для идентификации компонентов. По величине пика определяют количество вещества.

Метод ИК – спектроскопии широко используется для определения органических соединений, содержащих большое количество функциональных групп.

В видимой области поглощенной энергии ($>60 \text{ кДж/моль}$) достаточно не только для увеличения $E_{\text{колеб}}$ и $E_{\text{вращат}}$, но и для увеличения энергии валентных (оптических) электронов.

Полученный спектр поглощения имеет вид широкой полосы с максимумом, так как каждому электронному состоянию соответствует множество колебательных и вращательных энергетических состояний. По величине пика судят о количестве вещества. По длине волны, соответствующей максимуму пика, проводят идентификацию вещества.

В УФ - области спектр поглощения также имеет вид широкой полосы, поскольку энергия излучения расходуется на увеличение $E_{\text{колеб}}$ и $E_{\text{вращат}}$, и на возбуждение электронов, находящихся на более глубоких энергетических уровнях атома, что соответствует большому количеству электронных переходов, а также электронов, участвующих в образовании связей органических молекул.

2.2. Устройство и принцип действия спектрофотометра

Независимо от области спектра, в котором происходит изучение поглощения света веществом, приборы для получения спектра состоят из пяти основных узлов:

- 1) стабильного источника излучения;
- 2) устройства для выделения ограниченной области длин волн - монохроматора;
- 3) прозрачных кювет для пробы и растворителя;
- 4) детектора, или преобразователя, который превращает энергию излучения в измеряемый сигнал, обычно электрический;
- 5) регистратора сигнала.

На рис. 2 представлена принципиальная схема спектрофотометра.

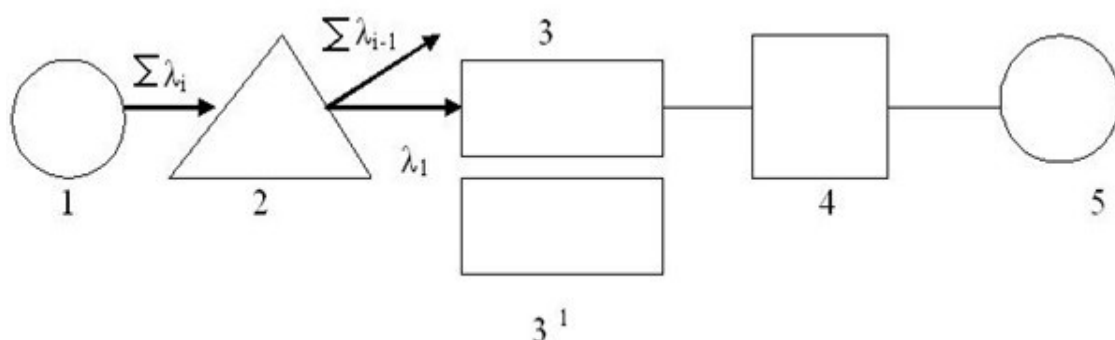


Рис. 2. Схема спектрофотометра: 1- источник излучения;
2 – монохроматор; 3 – кювета с исследуемым образцом; 4 - детектор;
5 – регистратор

Луч света от источника излучения 1 (например, лампы накаливания для видимого участка спектра или газоразрядной водородной лампы для ультрафиолетовой части спектра) проходит через монохроматор 2 (призму или дифракционную решетку), с помощью которого выделяется свет

определенной длины волны, проходящий затем через стеклянную или кварцевую кювету 3 определенной толщины, заполненную анализируемым раствором. При этом часть световой энергии, соответствующая длине волны электронного возбуждения анализируемого вещества, селективно поглощается этим веществом. Свет, прошедший через кювету, попадает на детектор (преобразователь) 4 и далее на регистрирующий прибор 5.

В фотометрии монохроматором служат светофильтры (окрашенные стекла) со значительной шириной пропускания $30 \div 70$ нм. Поэтому такой свет называют псевдомонохроматическим.

В спектрофотометрии использование в качестве монохроматора призмы или дифракционной решетки позволяет получить световой пучок с малой шириной пропускания, составляющей $0,2 \div 5$ нм.

Для исследования спектров в различных диапазонах длин волн требуется определенная аппаратура: источник излучения, оптическая аппаратура, кювета, детектор (приемник излучения), что представлено в табл. 1.

Таблица 1

Основные узлы и материалы, применяемые в спектроскопии

Диапазон длин волн, нм	Вид излучения	Источник излучения	Материал для изготовления оптической аппаратуры (призмы, кюветы)	Детектор
1100-760	ИК	Нагретое тело	Галогениды металлов: LiF, LiCl, NaCl	Термопара Термо-сопротивление
760-400	Видимый свет	Лампа накаливания	Стекло	Фотоэлемент

400-200	УФ	Кварцевая лампа	Кварц	Фотоэлемент
---------	----	--------------------	-------	-------------

3. ФОТОМЕТРИЯ И СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ

3.1. Основной закон светопоглощения

Абсорбционный метод основан на измерении ослабления мощности (интенсивности) потока излучения при прохождении его через поглощающую среду. При прохождении монохроматического (одной длины волны) излучения через раствор поток излучения ослабляется в связи с поглощением энергии света частицами данного вещества. На рис.3 представлен процесс ослабления излучения I_0 при прохождении света через раствор с концентрацией «с» поглощающего вещества и толщиной слоя «l». Интенсивность прошедшего света $I < I_0$.

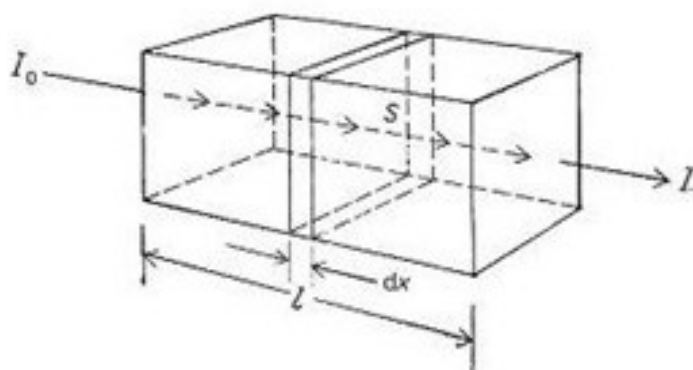


Рис.3. Ослабление излучения I_0 раствором с концентрацией «с»
поглощающего вещества и толщиной слоя «l»: $I < I_0$

Понижение интенсивности подчиняется объединённому закону Бугера - Ламберта - Бера, согласно которому интенсивность излучения при

прохождении через вещество уменьшается в степенной зависимости от концентрации «**c**» и величины слоя вещества «**l**»:

$$I = I_0 \cdot 10^{-\epsilon lc},$$

где **I**₀ - интенсивность падающего излучения;

I - интенсивность прошедшего излучения;

ε - молярный коэффициент поглощения, характерный для данного вещества, зависит от длины волны, температуры, давления.

При выводе закона светопоглощения рассматривается поглощение энергии фотона слоем вещества площадью **S** и бесконечно малой толщиной **dx**, содержащего **dn** поглощающих частиц. Изменение интенсивности за счёт поглощения этим слоем **dI_x** пропорционально количеству частиц в нём, относительное изменение интенсивности **I/I₀** при поглощении излучения всем объёмом **V=S·l** пропорционально концентрации вещества **c=n/V**.

Величину **-lg I/I₀ = εlc = A** называют *оптической плотностью или абсорбционностью*.

Очевидно, оптическая плотность возрастает пропорционально концентрации поглощающего вещества и толщине слоя, через который проходит поток:

$$A = \epsilon lc.$$

Величина **I/I₀ = 10^{-εlc}** называется *пропусканием T*, которое характеризует часть падающего излучения, прошедшего через раствор, выраженную в процентах. Оптическая плотность и пропускание связаны соотношением:

$$A = -\lg T.$$

Величина **ε=A/lc** называется молярным коэффициентом поглощения (молярным коэффициентом экстинкции), если величина концентрации выражается в моль/дм³. Если величина концентрации выражается в г/дм³ или мг/дм³, то **A/lc=a** и «**a**» называется коэффициентом поглощения. Молярный

коэффициент поглощения – величина постоянная для растворов данного вещества при определённой длине волны и не зависит от концентрации раствора. Численное значение его равно оптической плотности раствора с концентрацией 1 моль при величине слоя поглощения 1 см.

Для учёта потерь излучения, происходящего за счёт отражения от грани кюветы, поглощения стенками кюветы и рассеяния при прохождении излучения через раствор, измерение интенсивности производят относительно холостой пробы, например, растворителя (см. рис 2, кювета 3¹). В этом случае оптическая плотность, рассчитанная по формуле

$$A = \lg I_{\text{холост}} / I_{\text{раствор}} = \lg I_0 / I,$$

близка к истинной.

Закон Бугера – Ламберта - Бера применим и к растворам, содержащим несколько поглощающих веществ, при условии, что между разными соединениями отсутствует взаимодействие. Тогда для системы, состоящей из n компонентов, справедлив закон аддитивности:

$$A_{\text{общ}} = A_1 + A_2 + \dots + A_n = \varepsilon_1 l_1 c_1 + \varepsilon_2 l_2 c_2 + \dots + \varepsilon_n l_n c_n,$$

т.е. общее свойство многокомпонентной системы складывается из свойств отдельных компонентов.

Существуют ограничения применимости закона Бугера – Ламберта – Бера.

Для выполнения закона Бугера–Ламберта–Бера должны выполняться следующие условия:

- 1) монохроматическое излучение – свет определенной длины волны ($\lambda \pm 1 \div 20$ нм);
- 2) параллельный пучок падающего излучения;
- 3) разбавленные растворы;
- 4) растворы без комплексообразователей;
- 5) постоянство pH, T;
- 6) при толщине слоя светопоглощения < 5 мм;

7) с ограниченным временем созревания окраски раствора при исследовании поглощения в видимой области спектра.

3.2. Условия проведения количественного анализа в фотометрии

Для количественного анализа однокомпонентных растворов используют метод фотометрии, измеряя оптическую плотность при выбранной длине волны в видимой области спектра. В основе метода лежит основной закон светопоглощения:

$$A = \epsilon l c.$$

Уравнение показывает, что основными параметрами фотометрического определения являются длина волны λ , при которой производится измерение оптической плотности, так как $\epsilon = f(\lambda)$, величина оптической плотности A (абсорбционность), длина оптического пути – толщина кюветы l и концентрация окрашенного раствора c .

Кроме того, следует учитывать химические факторы, связанные с полнотой и условиями протекания фотохимической реакции, концентрацией окрашенных и других реактивов, их устойчивостью.

Каждое колориметрическое определение состоит из двух стадий:

1) растворение анализируемого образца и соответствующая обработка полученного раствора – поскольку большинство анализируемых веществ не обладает окраской, необходимо введение дополнительных реактивов, которые в результате химического взаимодействия с анализируемым веществом образуют интенсивно окрашенные соединения (в большинстве случаев используются реакции комплексообразования);

2) измерение оптической плотности A или относительной интенсивности светопоглощения окрашенных растворов и определение концентрации определяемого вещества одним из методов фотометрии.

В зависимости от свойств анализируемой системы и характеристик используемого прибора выбирают определенные условия анализа.

1. Выбор светофильтра. При определении в растворе одного светопоглощающего вещества аналитическую длину волны выбирают на максимуме полосы поглощения. При этом достигается наиболее высокая чувствительность определения.

Измерение оптической плотности на фотоколориметре проводят в приближенно монохроматическом свете (полуширина пропускания 30–70 нм), для получения которого используют светофильтры. В этом случае цвет выбираемого светофильтра является дополнительным к цвету фотометрируемого раствора, т.е. светофильтр должен пропускать свет в интервале длин волн, который поглощается анализируемым раствором (рис.4).

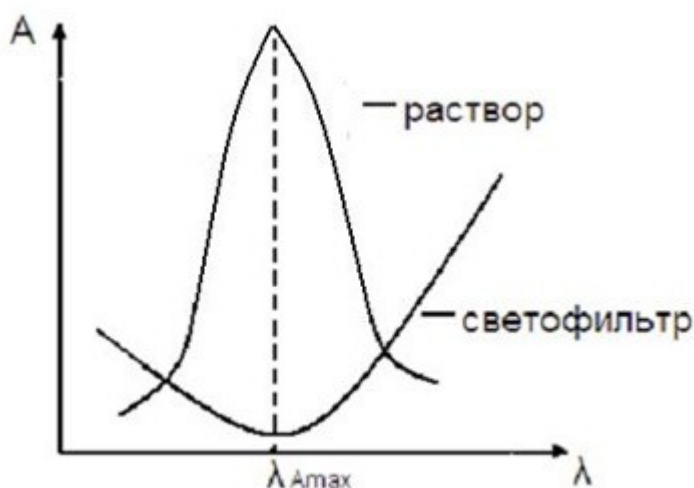


Рис.4. Спектр поглощения исследуемого вещества и соответствующего светофильтра

Оптическая плотность анализируемого раствора при $c = \text{const}$ для данного раствора при выбранном светофильтре должна быть максимальной. Поэтому, если неизвестен цвет светофильтра или интервал длин волн, в котором происходит максимальное поглощение света, выбор светофильтра

осуществляют измерением абсорбционности анализируемого (или стандартного) раствора при различных светофильтрах.

2. Оптическая плотность. На оптическую плотность раствора влияет ряд факторов: природа растворителя, pH раствора, температура, концентрация электролита и присутствие посторонних веществ. Необходимо выбрать аналитические условия так, чтобы небольшие изменения этих факторов существенно не изменяли оптическую плотность. Одним из способов является проведение измерения оптической плотности относительно раствора сравнения, в качестве которого может быть использована холостая проба: растворитель, проба без окрашивающих реагентов, растворитель с реагентами.

Основным источником случайных ошибок при фотометрическом анализе является измерение оптической плотности, т.е. измерение интенсивности светового потока после прохождения через исследуемый раствор, а также через раствор сравнения. Показано, что определение концентрации методом фотометрии осуществляется с ошибкой 1-2 %, если концентрация анализируемого вещества такова, что величина оптической плотности находится в интервале 0,1 – 1,0. Это связано с тем, что распределение погрешности в фотометрии имеет вид, представленный на рис. 5.

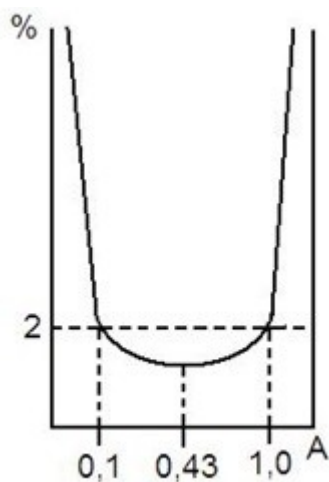


Рис.5. Относительная ошибка фотометрического определения

3. Выбор кювет. Набор кювет с различными расстояниями между внутренними рабочими гранями позволяет подобрать кювету такой рабочей длины, чтобы измерения проводились на участке шкалы оптической плотности, дающем наименьшие относительные ошибки измерений. Можно считать кювету правильно подобранной, если для наиболее концентрированного раствора значение оптической плотности не превышает величину 0,7 – 0,8. Рабочие грани кюветы в кюветодержателе устанавливают перпендикулярно пучку света.

Следует помнить, что на одной из двух рабочих плоскопараллельных граней кюветы нанесены цифры, которые указывают толщину светопоглощающего слоя раствора в миллиметрах. При работе эти грани должны быть чистыми, без капель жидкости и отпечатков пальцев. Раствор в кювету наливают немного выше риски, которая нанесена на одной из граней кюветы.

4. Нижний предел обнаружения вещества фотометрическим методом (чувствительность метода). Чувствительность фотометрических методов довольно высока. Нижний предел обнаружения вещества рассчитывают по соотношению:

$$c_{\min} = A_{\min} / (\epsilon l).$$

Если принять $A_{\min} = 0,01$, $l = 5$ см, $\epsilon = 10^3 - 10^5$, то $c_{\min} = 10^{-5} - 10^{-7}$ моль/дм³.

4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ В ФОТОМЕТРИИ

4.1. Метод калибровочного графика

В фотоколориметрии обычно используют четыре метода определения концентрации по измеренной величине абсорбционности исследуемого раствора: метод калибровочного графика, метод сравнения, метод стандартных добавок и метод дифференциальной фотометрии.

В первых трех методах в качестве раствора сравнения используют растворитель или раствор, приготовленный с добавлением всех реагентов, но без определяемого вещества (“холостой” раствор).

В методе калибровочного графика в мерных колбах готовят ряд стандартных растворов с точно известной концентрацией, добавляют соответствующие реактивы (реагенты), необходимые для образования окрашенного соединения, доводят объемы растворов до метки растворителем и измеряют оптические плотности полученных растворов. По данным измерения строят график зависимости в координатах: абсорбционность (A) – концентрация (c , мг в объеме мерной колбы), который должен иметь линейный характер при выполнении закона Бугера – Ламберта – Бера (рис. 6). Причём для построения калибровочного графика необходимо приготовить 5-7 стандартных растворов с различной концентрацией и провести не менее 5 параллельных измерений оптической плотности растворов каждой концентрации. Это позволит с минимальной погрешностью построить калибровочный график с использованием метода математической статистики – метода наименьших квадратов (МНК).

Аналогично приготовлению стандартных растворов готовят раствор исследуемого (анализируемого) раствора, измеряют его оптическую плотность и, пользуясь построенным калибровочным графиком (см. рис.6), определяют содержание вещества в объеме анализируемой пробы (варианте).

Искомую концентрацию можно определить расчётным путём, исходя из уравнения полученной прямой $A = b \cdot c$, где $b = \text{tg} \varphi$, а φ - угол наклона прямой. Тогда $c = A / \text{tg} \varphi = A \cdot k$, где $k = \text{ctg} \varphi$ и называется коэффициентом калибровочной прямой. Формульное выражение калибровочной зависимости позволяет проводить компьютерную обработку результатов измерения.

Если зависимость нелинейная, т.е. закон Бугера – Ламберта – Бера не выполняется, для нахождения концентрации по величине оптической плотности пользуются только калибровочным графиком.

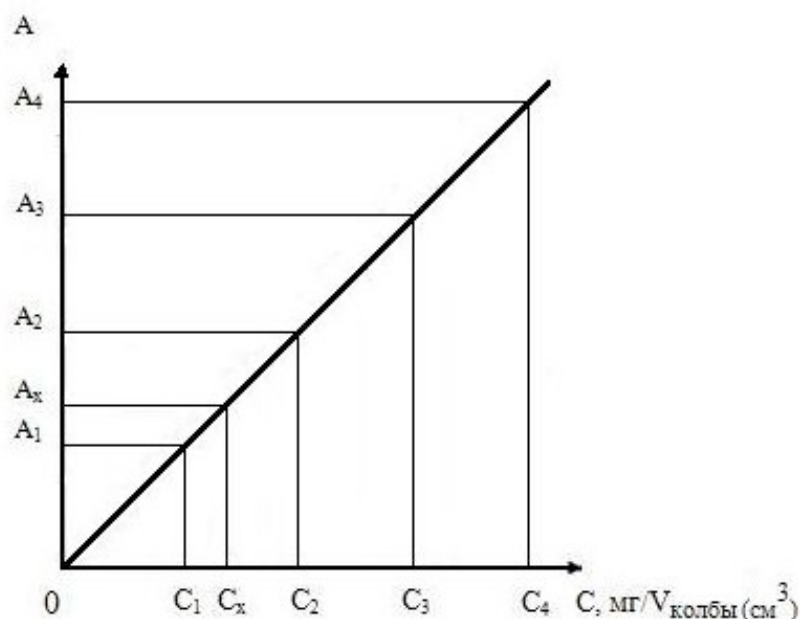


Рис.6. Калибровочный график

Метод целесообразно использовать при большом количестве измерений одного и того же вещества в отсутствие мешающих компонентов в анализируемом растворе.

4.2. Метод сравнения

В том случае, когда проводится единичный анализ, используют метод сравнения. В методе сравнения полученное значение абсорбционности исследуемого раствора сравнивают со значением абсорбционности стандартного раствора только при условии выполнения закона Бугера – Ламберта – Бера. Для стандартного раствора и раствора с неизвестной концентрацией справедливо следующее:

$$A_x = \varepsilon \cdot l \cdot c_x \quad \text{и} \quad A_{\text{ст}} = \varepsilon \cdot l \cdot c_{\text{ст}}$$

Решая уравнение относительно c_x , получаем:

$$c_x = c_{\text{ст}} \cdot A_x / A_{\text{ст}} .$$

Метод дает наиболее точные результаты, когда отношение оптических плотностей исследуемого и стандартного растворов близко к единице, т.е. для сравнения выбирают концентрацию стандартного раствора, наиболее близкую к определяемой:

$$A_x/A_{ст} = 1.$$

При этом условии с большей вероятностью выполняется закон Бугера-Ламберта-Бера, т.е. существует прямо пропорциональная зависимость $A_{ст}$ от $c_{ст}$ и A_x от c_x .

Для достижения этого готовят 3-4 стандартных раствора, измеряют их оптические плотности и выбирают из них для расчёта c_x наиболее подходящую величину $A_{ст}$.

4.3. Метод стандартных добавок

При наличии в исследуемом растворе компонентов, которые вносят свой вклад в величину оптической плотности, метод калибровочного графика становится непригодным, так как условия измерения оптической плотности стандартных растворов без примесей и исследуемого раствора с мешающими компонентами различны. Для устранения ошибки определения концентрации в этом случае используют метод стандартных добавок.

В методе стандартных добавок в ряд мерных колб (обычно в 4 колбы) помещают одинаковые объемы анализируемого раствора. Затем в первую колбу не добавляют, а в остальные добавляют различные объемы стандартного раствора, приливают соответствующие реактивы (реагенты), доводят объем раствора до метки растворителем и измеряют оптические плотности полученных окрашенных растворов. Строят график зависимости оптической плотности от величины добавки, который представляет собой

калибровочный график, полученный на фоне анализируемого раствора с мешающими компонентами.

Концентрацию исследуемого раствора (количество вещества в пробе) определяют по графику (рис.7), где c_1, c_2, c_3 – концентрации добавленного стандартного раствора, мг в объеме колбы; $A_x, A_{x+1}, A_{x+2}, A_{x+3}$ – оптические плотности исследуемого раствора и исследуемого раствора с добавками. Отрезок OC_x выражает искомую концентрацию (количество) определяемого вещества в объеме (пробе) раствора.

Концентрацию исследуемого раствора можно определить также путем сравнения оптической плотности исследуемого раствора и раствора с наименьшей добавкой. На основании закона Бугера – Ламберта – Бера получаем два уравнения:

$$A_x = \varepsilon \cdot l \cdot c_x,$$

$$A_{x+n} = \varepsilon \cdot l \cdot c_{x+n} = \varepsilon \cdot l \cdot (c_x + c_n),$$

где c_n – концентрация добавки в анализируемом растворе.

Решая эти уравнения относительно c_x , получаем

$$c_x = c_n \times \frac{A_x}{A_{x+n} - A_x}$$

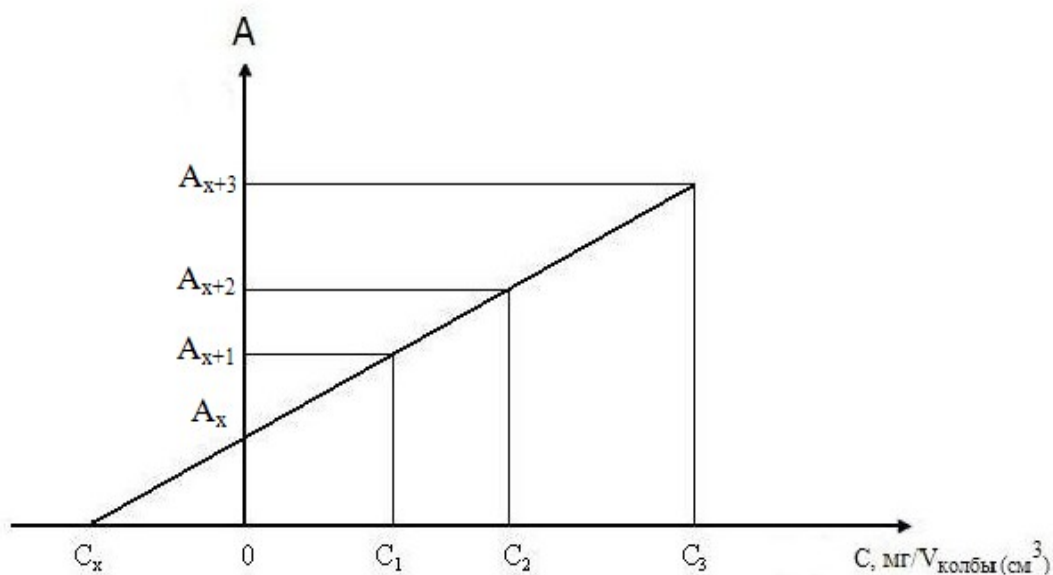


Рис.7. Определение концентрации раствора методом стандартных добавок

Преимуществом метода добавок является то, что этот метод исключает систематическую погрешность, вносимую в определение концентрации влиянием примесей, так как создает одинаковые условия для фотометрирования исследуемого раствора и растворов со стандартной добавкой. В связи с этим он особенно пригоден для определения следов определяемых веществ в присутствии больших количеств посторонних компонентов.

4.4. Метод дифференциальной фотометрии

Метод дифференциальной фотометрии используется в основном для определения больших концентраций, когда величина оптической плотности превышает единицу. Готовят ряд стандартных растворов и измеряют их оптическую плотность относительно раствора сравнения, в качестве которого используется стандартный раствор с наименьшей концентрацией из серии заданных. Количество определяемого вещества определяется либо по калибровочному графику $A = f(c)$ (рис.8), либо расчетным путем по методу сравнения:

$$c_x = c_{cp} + F \cdot A_x,$$

где F - фактор пересчета:

$$F = \frac{c_{ст} - c_{cp}}{A'_{ст}} = \frac{\Delta c}{A'_{ст}}$$

где A_x и $A_{ст}$ оптические плотности исследуемого и стандартного растворов, измеренные относительно раствора сравнения;

$c_{ст}$ – концентрация вещества в стандартном растворе;

c_{cp} – концентрация вещества в растворе сравнения.

Метод дифференциальной фотометрии позволяет расширить диапазон концентраций, определяемых с помощью фотометрии, и проводить измерения с высокой точностью.

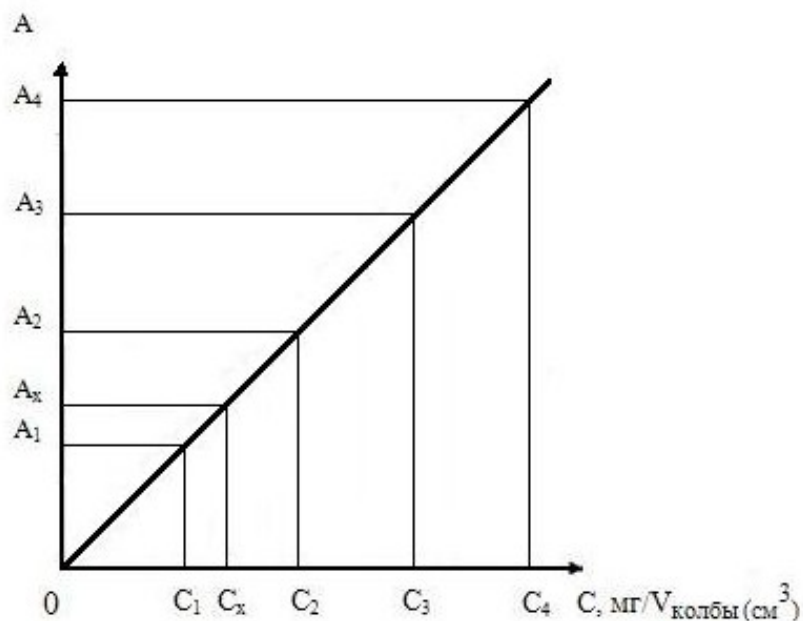


Рис.8. Калибровочный график в методе дифференциальной Фотометрии

Для устранения влияния мешающих компонентов и повышения чувствительности определения в ряде случаев используют *экстракционно-фотометрический анализ*. В этом методе определяемый микрокомпонент переводят в растворимое в воде окрашенное соединение, экстрагируют его подходящим растворителем и экстракт фотометрируют. Содержание компонента определяют рассмотренными выше методами, проводя стандартные растворы через все этапы анализа. При экстракции происходит концентрирование микрокомпонента в фазе растворителя и отделение мешающих компонентов. Данный метод используют, например, при анализе в воде анионных поверхностно-активных веществ, при определении

металлов в воде в виде дитизонатов в органическом растворителе, который добавляется в анализируемый раствор.

5. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ КОМПОНЕНТОВ В СМЕСИ

Спектрофотометрический метод позволяет определить несколько светопоглощающих веществ в смеси без их предварительного разделения, в частности, концентрации двух красителей А и В.

В соответствии с законом аддитивности светопоглощения для такой смеси и при соблюдении закона Бугера – Ламберта – Бера оптическая плотность смеси складывается из оптической плотности растворов, составляющих эту смесь:

$$A_{\text{см}}(\lambda_1) = \varepsilon_A(\lambda_1) \cdot l \cdot c_A + \varepsilon_B(\lambda_1) \cdot l \cdot c_B,$$

где $A_{\text{см}}(\lambda_1)$ – оптическая плотность смеси, измеренная при длине волны λ_1 ;

c_A – молярная концентрация красителя А;

c_B – молярная концентрация красителя В;

$\varepsilon_A(\lambda_1)$ – молярный коэффициент поглощения красителя А при длине волны λ_1 ;

$\varepsilon_B(\lambda_1)$ – молярный коэффициент поглощения красителя В при длине волны λ_1 ;

l – длина кюветы, см.

Это же справедливо для величины оптической плотности смеси, измеренной при длине волны λ_2 :

$$A_{\text{см}}(\lambda_2) = \varepsilon_A(\lambda_2) \cdot l \cdot c_A + \varepsilon_B(\lambda_2) \cdot l \cdot c_B,$$

где $\varepsilon_A(\lambda_2)$ – молярный коэффициент поглощения красителя А при длине волны λ_2 ;

$\epsilon_B(\lambda_2)$ - молярный коэффициент поглощения красителя В при длине волны λ_2 .

Решение этой системы при $l = 1$ см даёт:

$$c_A = \frac{A_{cm}(\lambda_1) \cdot \epsilon_B(\lambda_2) - A_{cm}(\lambda_2) \cdot \epsilon_B(\lambda_1)}{\epsilon_A(\lambda_1) \cdot \epsilon_B(\lambda_2) - \epsilon_A(\lambda_2) \cdot \epsilon_B(\lambda_1)};$$

$$c_B = \frac{A_{cm}(\lambda_2) \cdot \epsilon_A(\lambda_1) - A_{cm}(\lambda_1) \cdot \epsilon_A(\lambda_2)}{\epsilon_A(\lambda_1) \cdot \epsilon_B(\lambda_2) - \epsilon_A(\lambda_2) \cdot \epsilon_B(\lambda_1)}.$$

Длины волн λ_1 и λ_2 , при которых следует проводить измерение оптической плотности, выбирают по спектрам поглощения индивидуальных веществ А и В, анализируя на спектрофотометре их стандартные растворы с молярными концентрациями $c_{стА}$ и $c_{стВ}$. Используют метод максимальных разностей, при котором строят график зависимости $|A_A - A_B|$ от λ и находят λ_1 и λ_2 , соответствующие максимумам. Молярные коэффициенты поглощения красителей рассчитывают по величинам A_A и A_B , найденным по спектрам поглощения индивидуальных веществ А и В при λ_1 и λ_2 по формулам:

$$\begin{aligned} \epsilon_A(\lambda_1) &= A_A(\lambda_1) / c_{стА}; & \epsilon_A(\lambda_2) &= A_A(\lambda_2) / c_{стА}; \\ \epsilon_B(\lambda_1) &= A_B(\lambda_1) / c_{стВ}; & \epsilon_B(\lambda_2) &= A_B(\lambda_2) / c_{стВ}. \end{aligned}$$

Для получения спектров поглощения необходимо приготовить стандартные растворы красителей: бриллиантового зелёного и

кристаллического фиолетового с концентрациями, при которых максимальная величина оптической плотности была близка 1. Измерения оптической плотности производить в диапазоне длин волн 400-760 нм. В этих же условиях анализировать смесь красителей.

6. ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

Люминесцентный анализ – совокупность методов анализа, основанных на явлении люминесценции. Наибольшее распространение получил анализ, основанный на фотолюминесценции исследуемого вещества, возбуждаемой УФ–излучением. Источниками последнего служат кварцевые газоразрядные ртутные или ксеноновые лампы и УФ–лазеры. Регистрируют люминесценцию визуально, фотографически или фотоэлектрически с помощью спектрографов, фотометров и спектрофотометров.

Люминесцентный анализ подразделяют на качественный и количественный. Качественный люминесцентный анализ проводят по спектрам люминесценции. Его используют, например, для обнаружения битумов в породах, следов люминесцирующих органических и неорганических веществ в различных объектах. Количественный люминесцентный анализ основан на зависимости интенсивности люминесценции от количества люминесцирующего вещества. Различают флуоресцентный, фосфоресцентный и хемилюминесцентный анализы.

7. РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Рефрактометрия (от лат. refractus - преломленный и греч. metreo - измеряю) – это метод исследования веществ, основанный на определении показателя (коэффициента) преломления (рефракции) и некоторых его

функций. Рефрактометрия (рефрактометрический метод) применяется для идентификации химических соединений, количественного и структурного анализа, определения физико-химических параметров веществ.

Показатель преломления n представляет собой отношение скоростей света в граничащих средах. Для жидкостей и твердых тел n обычно определяют относительно воздуха, а для газов – относительно вакуума. Значения n зависят от длины волны λ света и температуры, которые указывают соответственно в надстрочном и подстрочном индексах. Например, показатель преломления при 20 °С для D–линии спектра натрия ($\lambda = 589$ нм) - D_n^{20} . В случае газов необходимо также учитывать зависимость n от давления (указывать его или приводить данные к нормальному давлению).

В идеальных системах (образующихся без изменения объема и поляризуемости компонентов) зависимость показателя преломления от состава близка к линейной, если состав выражен в объемных долях (процентах):

$$n = n_1 V_1 + n_2 V_2 ,$$

где n, n_1, n_2 - показатели преломления смеси и компонентов;

V_1 и V_2 - объемные доли компонентов ($V_1 + V_2 = 1$).

Для рефрактометрии растворов в широких диапазонах концентраций пользуются таблицами или эмпирическими формулами.

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

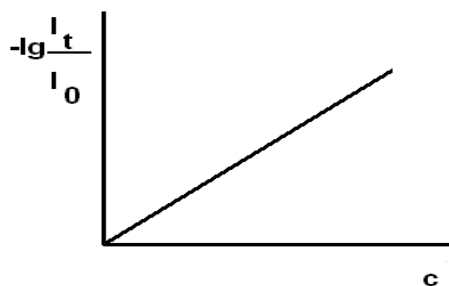
1. Назвать три спектральных области, в которых изучается поглощение света веществом, и соответствующие методы спектроскопии.
2. Представить процесс поглощения света с точки зрения изменения внутренней энергии исследуемого вещества.
3. Описать метод атомно-абсорбционной спектроскопии.
4. Представить схему спектрофотометра.

5. Перечислить источники излучения для получения спектров в различных диапазонах длин волн света.
6. Объяснить необходимость использования различных материалов для изготовления оптической аппаратуры при исследовании спектров в различных областях спектра.
7. Перечислить приемники излучения в ИК-области, видимой области и УФ-области спектра
8. Представить вывод закона Бугера-Ламберта-Бера, представить его в степенном и линейном виде.
9. Перечислить условия применимости закона Бугера-Ламберта-Бера.
10. Обосновать необходимость добавления к бесцветным растворам реагентов, окрашивающих исследуемый раствор, при спектральном исследовании вещества.
11. Описать приемы выбора светофильтра при колориметрическом исследовании раствора.
12. Привести примеры построения калибровочного графика в фотометрии.
13. Перечислить методы определения концентрации в фотометрии.
14. Сравнить методы калибровочного графика и стандартных добавок и обосновать область и условия их применения в фотометрии.
15. Сравнить методы калибровочного графика и сравнения и обосновать область и условия их применения в фотометрии.
16. Описать метод определения двух окрашенных соединений методом спектрофотометрии.

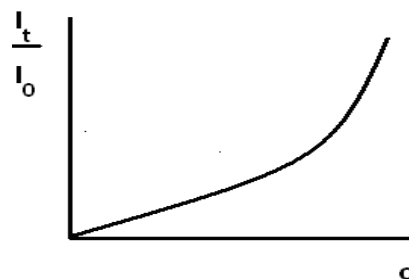
ТЕСТЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ ЗНАНИЙ ПО ОПТИЧЕСКИМ МЕТОДАМ АНАЛИЗА

Тест № 1

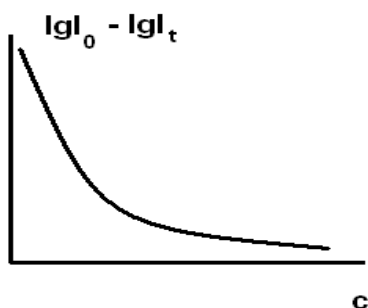
Какой из приведенных графиков отвечает закону Бугера- Ламберта-Бера?



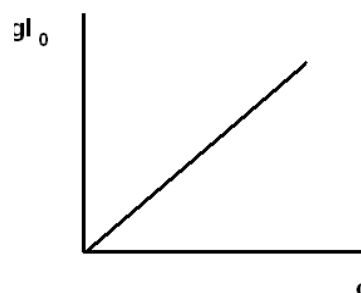
а



б



в



г

Тест № 2

Каким образом подбираются светофильтры?

- а) светофильтр выбирается таким же, каким является цвет раствора;
- б) светофильтр выбирается так, чтобы его цвет не был дополнительным к цвету раствора;
- в) светофильтр выбирается так, чтобы область максимального пропускания светофильтра совпадала с областью максимального поглощения раствора;
- г) светофильтр выбирается так, чтобы область максимального пропускания светофильтра совпадала с областью максимального пропускания раствора.

Тест № 3

Можно ли фотометрическими методами точно определять окрашенные комплексные соединения любых концентраций?

- а) можно, так как вещества поглощают в определенной части спектра;
- б) можно, но при очень больших концентрациях возможно отклонение от закона Бугера- Ламберта- Бера из-за изменения коэффициента преломления;
- в) невозможно, так как интервал значений абсорбционности и пропускания, в котором эти величины можно измерить с достаточной точностью, ограничен.

Тест № 4

В чем преимущества спектрофотометрических методов анализа?

- а) в них не проявляется ошибка за счет выцветания окраски;
- б) они дают возможность исследовать бесцветные растворы;
- в) для них не требуется соблюдение закона Бугера- Ламберта- Бера;
- г) они дают возможность исследовать смеси окрашенных веществ.

Тест № 5

Абсорбционность раствора комплекса алюминия с алюминоном, содержащего 0, 25 мг алюминия в 1 дм³ раствора, при 520 нм составляет 0,455 при l = 5 см. Рассчитать молярный коэффициент поглощения комплекса.

- а) 0,364; б) $3,64 \cdot 10^3$; в) $9,828 \cdot 10^3$; с) $4,5 \cdot 10^4$; д) 0, 0098.

Тест № 6

Какая зависимость абсорбционности от концентрации имеет место при условии подчинения поглощения света раствором закону Бугера - Ламберта - Бера?

- а) зависимость, соответствующая спектру поглощения;
- б) прямолинейная;
- в) криволинейная;

г) с отклонением от прямолинейности (выпуклая, вогнутая).

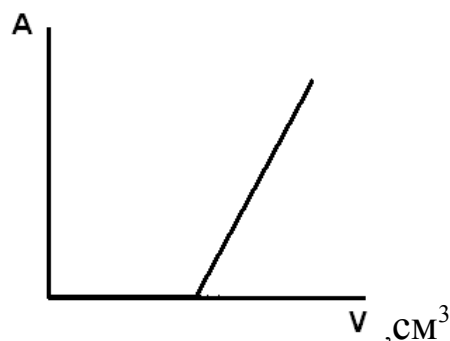
Тест № 7

Почему для характеристики определенного участка спектра часто используют волновые числа?

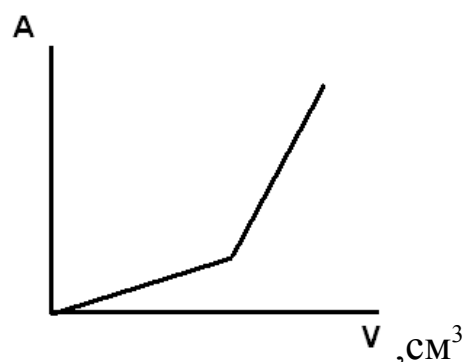
- а) потому что частота является величиной, обратной длине волны;
- б) потому что волновое число является величиной, обратной длине волны;
- в) потому что длина волны зависит от показателя преломления среды, а частота и волновое число не зависят от рефракции среды.

Тест № 8

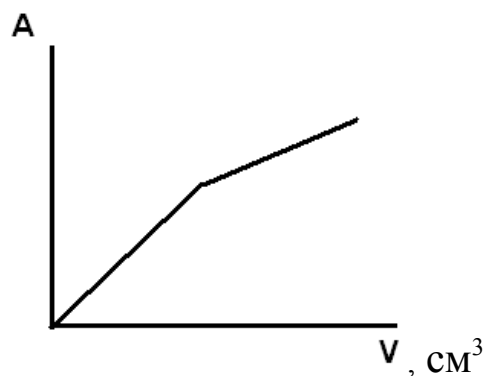
На графиках представлены кривые спектрофотометрического титрования. Какая из этих кривых относится к случаю, когда испытуемое вещество А и реагент В не поглощают свет, а продукт реакции поглощает?



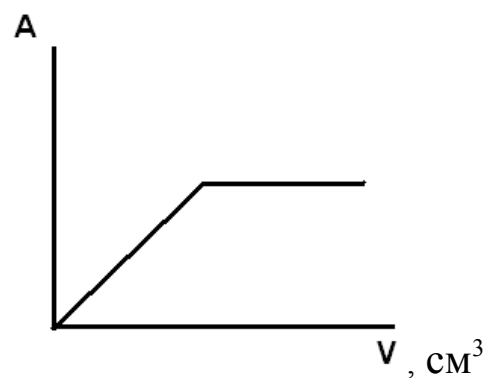
а



б



в



г

Тест № 9

В какой области поглощения (пропускания) относительная ошибка измерения абсорбционности (пропускания) составляет 2 %?

- а) в области поглощения от 0,1 до 1,0;
- б) в области пропускания от 5 до 95 %;
- в) в области поглощения от 0 до 2,0;
- г) в области пропускания от 20 до 60 %.

Тест № 10

Пропускание раствора органического красителя при $\lambda=505$ нм в кювете при $l = 5$ см равно 28,75 %. Рассчитать абсорбционность раствора.

- а) 0,287;
- б) 71,3 %;
- в) 0,542.

Тест № 11

В каких единицах измеряется концентрация в выражении закона Бугера – Ламберта - Бера?

- а) моль/дм³; в) моль/дм³;
- б) мг/дм³; г) мкг/см³.

Тест № 12

Зависит ли молярный коэффициент поглощения ϵ от толщины слоя поглощения?

- а) зависит, так как ϵ прямо пропорционален A и обратно пропорционален величинам c и l ;
- б) зависит, так как с ростом концентрации увеличивается абсорбционность;

- в) практически не зависит, так как не зависит от длины волны;
- г) не зависит, так как является функцией природы вещества и длины волны света.

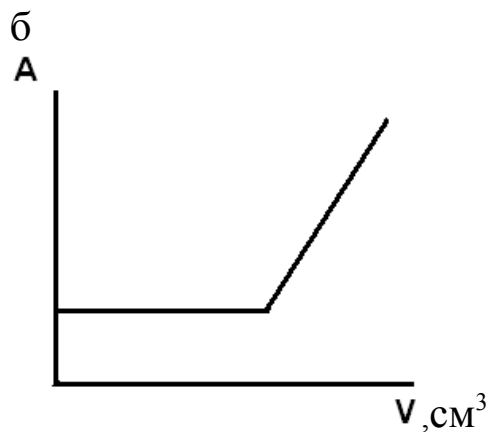
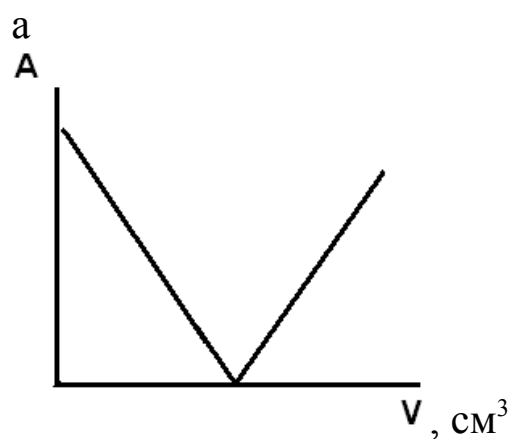
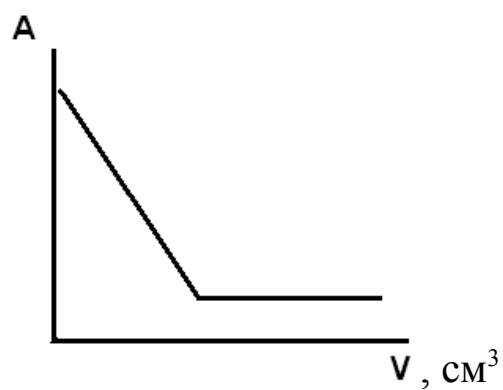
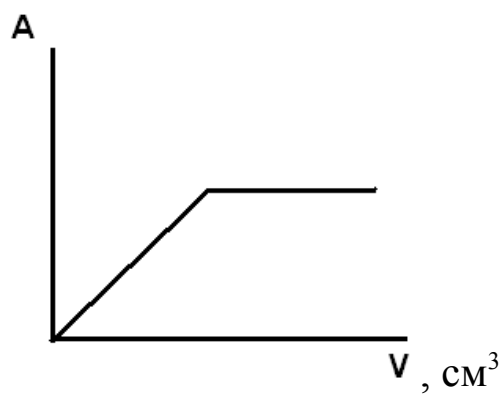
Тест № 13

Каким образом подбираются светофильтры?

- а) светофильтр выбирается так, чтобы область максимального пропускания раствора совпадала с областью максимального поглощения светофильтра;
- б) светофильтр выбирается так, чтобы область максимального пропускания светофильтра совпадала с областью максимального пропускания раствора;
- в) светофильтр выбирается так, чтобы область максимального пропускания светофильтра совпадала с областью максимального поглощения раствора;
- г) светофильтр выбирается так, чтобы область максимального поглощения светофильтра совпадала с областью максимального поглощения раствора.

Тест № 14

На графиках представлены кривые спектрофотометрического титрования. Какая из этих кривых относится к случаю, когда испытуемое вещество А и реагент В поглощают свет, а продукт реакции не поглощает?



В

Г

Тест № 15

Реагент образует со свинцом окрашенный комплекс и при $\lambda_{\max}$ $\epsilon=4200$. Рассчитать минимальную концентрацию свинца в $\text{мкг}/\text{см}^3$, которую можно измерить в кювете с $l = 1 \text{ см}$, если $A_{\min} = 0,1$.

- а) $4,93 \cdot 10^{-3}$; в) $2,38 \cdot 10^{-2}$;
 б) $2,38 \cdot 10^{-5}$; г) 4,93.

Тест № 16

Какое из приведенных уравнений отвечает закону Бугера- Ламберта-Бера?

$$\text{a) } \lg \frac{I_t}{I_0} = 10^{-\epsilon l c} ; \quad \text{b) } \frac{\lg I_0 - \lg I_t}{\epsilon l} = c ;$$

$$\text{б) } \frac{I_0}{I_t} = 10^{\epsilon l c} ; \quad \text{г) } \lg I_t - \lg I_0 = -\epsilon l c .$$

Тест № 17

Чем обусловлена оптическая активность вещества в растворе?

- а) образованием в растворе оптически активных ионов;
- б) особенностями строения молекулы или иона вещества;
- в) реакцией взаимодействия вещества с растворителем;
- г) особенностями взаимодействия вещества с растворителем.

Тест № 18

Каким образом подбираются кюветы для измерения абсорбционности растворов?

- а) пользуются имеющимися кюветами;
- б) чтобы измеряемая величина абсорбционности лежала в интервале от 0,1 до 1,0;
- в) чтобы измеряемая величина абсорбционности не превышала 2.

Тест № 19

Даёт ли спектрофотометрический метод возможность определить истинное значение коэффициента молярного поглощения?

- а) нет, не даёт, так как не учитывает рассеяние и поглощение электромагнитного излучения стенками кюветы;
- б) даёт, так как охватывает широкий диапазон длин волн;
- в) даёт, так как обеспечивает высокую монохроматизацию электромагнитного излучения.

Тест № 20

Органический реагент образует со свинцом (II) окрашенный комплекс.

Поглощение раствора, содержащего 2,07 мг Pb(II) в 1 дм³, измеренного при $\lambda=440$ нм и $l=2$ см, равно 0,630. Рассчитайте молярный коэффициент поглощения свинца (II).

- а) 0,314;
- б) $6,3 \cdot 10^5$;
- в) $6,3 \cdot 10^{-5}$;
- г) $3,14 \cdot 10^4$;
- д) 0,630.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Васильев В.Т. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа: учебник для студентов вузов, обучающихся по химико-технол. спец. - 5-е изд., стереотип. - М.: Дрофа, 2005. - 383 с.

Тикунова И.В., Дробницкая Н.В., Артеменко А.И. Справочное руководство по аналитической химии и физико-химическим методам анализа: учебное пособие. - М.: Высшая школа, 2009. - 413 с.

Основы аналитической химии /под ред. Ю.А.Золотова. - М.: Высшая школа, - М.: Высш. шк., 2000. - 463 с.

Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. - М.: Бинوم. Лаборатория знаний, 2003. - 243 с.

Пругло Г.Ф., Комиссаренков А.А., Фёдоров В.А. Оптические методы анализа: учебно-методическое пособие/ СПбГТУРП. - СПб., 2010. - 52 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

1. Классификация оптических методов анализа.....	3
2. Поглощение света веществом.....	5
2.1. Классификация абсорбционных методов анализа.....	5
2.2. Устройство и принцип действия спектрофотометра.....	8
3. Фотометрия и спектрофотометрия.....	12
3.1. Основной закон светопоглощения.....	12
3.2. Условия проведения количественного анализа в фотометрии.....	15
4. Методы определения концентрации в фотометрии.....	19
4.1. Метод калибровочного графика.....	19
4.2. Метод сравнения.....	21
4.3. Метод дифференциальной фотометрии.....	22
4.5. Метод стандартных добавок.....	24
5. Спектрофотометрическое определение концентрации компонентов в смеси.....	27
6. Люминесцентный анализ.....	29
7. Рефрактометрический анализ.....	30
Вопросы для самостоятельной работы.....	31
Тесты для проверки знаний раздела «Оптические методы анализа».....	33
Библиографический список.....	39

Учебное издание

Ирина Николаевна Дмитриевич
Галина Федоровна Пругло
Олеся Вячеславовна Федорова
Алексей Алексеевич Комиссаренков

Физико-химические методы анализа

Часть II

Оптические методы анализа

Учебное пособие для студентов заочной формы обучения

Редактор и корректор Н.П. Новикова

Техн.редактор Л.Я Титова

Темплан 2014, поз.69

Подп. к печати 02.10.14. Формат 60X84/16

Бумага тип.№ 1. Печать офсетная Уч.- изд. л. 2,5; усл. печ. л. 2,5.

Изд. 96. Тираж 100 экз. Цена «С». Заказ

Ризограф Санкт-Петербургского государственного технологического
университета растительных полимеров, 198095, СПб., ул. Ивана Черных, 4.