

МИНИСТЕРСТВО НА ОБРАЗОВАНИЕТО И НАУКАТА
ПЛОВДИВСКИ УНИВЕРСИТЕТ "ПАИСИЙ ХИЛЕНДАРСКИ"



У ч е б н а п р о г р а м а

по дисциплината: ИНСТРУМЕНТАЛНИ МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ I ЧАСТ

професионално направление: ХИМИЯ

включена в учебния план на специалност химия

образователна степен: БАКАЛАВЪР

Катедра Аналитична химия и компютърна химия (КАХКХ)

ЗАДОЧНО ОБУЧЕНИЕ

15/0/25

I. Кратка анотация на лекционния курс и лабораторните занятия.

Курсът е естествено надграждане на знанията по Аналитична химия, и представя съвременните физични и физико-химични методи за анализ. *ИМА I* включва основите на атомната спектроскопия: Образователните цели пред студентите са:

а) да се запознаят с методите, инструментите и стратегиите за получаване на информация за състава и строежа на веществото.

б) да добият теоретични и практически познания по използването на съвременни спектрални методи като: атомна абсорбция и емисия, маспектрометрия.

в) да получат знания и опит за решаване на практически въпроси от лабораторната дейност на изпитвателни и измерителни аналитични лаборатории, като: определяне на ниски съдържания от елементи, критична обработка и оценка на аналитични данни,

г) да придобият начални умения за използване на подходяща техника за пробоподготовка, настройка и работа на аналитична измервателна апаратура, а така също и областите на тяхното приложение при разработване на разнотипни проби.

II. Съдържание на учебната програма

ЛЕКЦИИ
I. Ч А С Т

I. ИНСТРУМЕНТАЛНИЯ АНАЛИЗ КАТО ЧАСТ ОТ АНАЛИТИЧНАТА ХИМИЯ.

Видове физични и физико-химични методи за анализ в съответствие с принципите на получаване на качествена и количествена информация за изследваните вещества.

II. ОСНОВИ НА СПЕКТРОСКОПИЯТА - 5 часа

Спектър на електромагнитното лъчение, области, връзка със спектралните методи. Спектроскопски единици и величини, характеризиращи електромагнитното лъчение. Единици за измерване, абсорбционни характеристики. Енергия на атомите и молекулите - квантови състояния.

III. АТОМНА СПЕКТРОМЕТРИЯ - 5 часа

III.1 Атомни спектри. Спектрална ширина на линиите. Атомна абсорбция. Атомна емисия и атомно-флуоресцентен анализ. Принципи на качествения и количествен спектрален анализ.

III. 2. Атомно-абсорбционен анализ. Принцип на метода. Условия на Уолш. Източници на възбуждане в атомно-абсорбционните спектрометри. Оптични схеми. Пламъков атомно-абсорбционен анализ. Пламъци, горелки, пулверизатори и камери. Електротермичен атомизатор. Температурна програма. Въвеждане на пробата под форма на газ.

III.3. Количествено определяне. Методика на калибриране. Стандартни разтвори. Метод на калибрационната крива и на стандартната добавка. Метрологични характеристики: работна област;

чувствителност; граница на откриване и определяне; точност на количественото определяне. Сравняване на аналитични резултати.

IV. ПЛАЗМЕННА СПЕКТРОМЕТРИЯ - 5 часа

III.4. Емисионен спектрален анализ. Индуктивно свързана плазма като източник на възбуждане. Блок схема на емисионен спектрометър. Видове оптични системи - полихроматор и монохроматор. Възможности, предимства и недостатъци на метода. Пречения и начини за отстраняването им.

III.5. Масспектрометрия с индуктивно свързана плазма - принцип на метода. Йонизационен източник, масфилтър, детекторна система. Полуколичествено и количествено определяне. Възможности за изотопен анализ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Борисова Р. „Основи на химичния анализ”, Изд. Водoley, 2009 г.
2. Гари Крисчън, Джеймс О’Рейли “Инструментален Анализ” СУ, 1998
3. Свйтък с помощни материали по атомна спектроскопия - Катедна Аналитична Химия при ПУ
4. Електронна версия http://web.uni-plovdiv.bg/kmetov/Education/EDU_main_pageBG.htm
5. Lauri H. j. Lajunen, “Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission” RSC, 1992
6. Димитров, И. Колева, Ц. Йотов, А. Петракиев "Ръководство по атомен спектрален анализ" СУ, 1993 г.
7. Хр. Даиев, Ст. Белчев, Л. Шишкова, Ю. Харизанов, Б. Желяскова, Д. Цалев, М. Митева, Н. Пиперов - Ръководство по физични методи за изследване на неорганични обекти” Изд. СУ , С-я 1992 г.
8. Хавезов И., Цалев Д. "Атомно-абсорбционен анализ", София, Изд. НИ, 1980.
9. Еленкова Н., "Аналитична химия с физични методи", София Изд. "Техника", 1983.
10. Футеков Л., Пенчев П., "Теория на експеримента", Пловдив, Изд. ПУ, 1992.

ПРОГРАМА

за упражнения по

"ИНСТРУМЕНТАЛНИ МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ" I ЧАСТ

на специалност УНИВЕРСИТЕТСКА ХИМИЯ задочно - III курс

през есенен семестър на учебната 2016/17 г. - 25h (5*5h)

I. Упражнение 5 h	6, 7 Септември	Общо КАХКХ, FAES	ИМ лаборатория	гл.ас. д-р К. Симитчиев
--------------------------	----------------	---------------------	----------------	-------------------------

Спектроскопия - основни понятия и величини. Задачи върху спектроскопски величини. Пламъкова атомно-емисионна спектрометрия (FAES).

1. Спектрални величини и връзки между тях - Изчисляване на енергии на квантови състояния; населеност на нивата; честота и дължина на вълната на електромагнитното лъчение. Работа с MS EXCEL.
2. Запознаване с лабораторията за подготовка на проби за елементен анализ.
3. Емисия в пламък - атомизатор и източник на възбуждане - газове, пулверизатор, смесителна камера, горелки - сканиране на емисионен спектър на минерална вода.

II. Упражнение 5 h	8,9 Септември	FAAS	ИМ лаборатория	гл.ас. д-р К. Симитчиев
---------------------------	---------------	------	----------------	-------------------------

Атомни спектри и спектрометри. Пламъкова атомно-абсорбционна спектрометрия (FAAS). Калибрация.

1. Работа с безразмерни величини за изразяване на концентрацията - %, ‰, ppm; ppb; ppt; ppf.
2. Закон на Буге-Ламберт-Бер.
3. Условия на Уолш в атомно-абсорбционната спектрометрия. Източници за възбуждане в AAS - кухокатодни и безелектродни лампи.
4. *Perkin Elmer 4000 FAAS* - принцип на работа.
5. Калибриране - регресионно уравнение, калибрационна права, работна област. Чувствителност, характеристична концентрация, възпроизводимост и граница на определяне на FAAS.
6. Практическа задача - определяне на Fe във вино.

III. Упражнение 5 h	18, 19 Септември	FAAS	ИМ лаборатория	гл.ас. д-р К. Симитчиев
----------------------------	------------------	------	----------------	-------------------------

Пламъково атомно-абсорбционно определяне на обменния Mg в почви - самостоятелна работа по методика. Матрични ефекти.

1. Пречения в AAS - неспектрални пречения. Методи за отчитане и коригиране.
2. Метод на стандартната добавка.
3. Практическа задача - анализ на подвижния Mg в почви. Изготвяне на анализен протокол.

IV. Упражнение 5 h	20, 21 Септември	ETAAS	ИМ лаборатория	гл.ас. д-р К. Симитчиев
---------------------------	------------------	-------	----------------	-------------------------

Електротермична атомна абсорбция (ETAAS). Определяне на Pb в прясно мляко.

1. Предимства и недостатъци на пламъковата AAS - алтернативни атомизатори.
2. *Perkin Elmer 5100 Zeeman* спектрометър с графитна кювета. Температурни програми. Криви на Велц.
3. Атомно-абсорбционен анализ - обобщение - **AAS-Softbook**.
4. Практическа задача определяне на Pb в прясно мляко. Анализ на твърди проби – коса.

V. Упражнение 5 h	22, 23 Септември	ICP-спектрометрия	ИМ лаборатория	гл.ас. д-р К. Симитчиев
--------------------------	------------------	-------------------	----------------	-------------------------

Плазменна спектрометрия: емисионен спектрален анализ (ICP-OES) и масспектрометрия (ICP-MS) - аналитични характеристики.

1. Емисионен спектрометър с индуктивно свързана плазма *ICP-OES SPECTROFLAME*: пробовъвеждане; видове пулверизатори; плазмен източник за възбуждане - генериране и зони; оптични системи - полихроматор и монохроматор, спектрален обхват и разделителна способност.
2. Критерии за избор на аналитична линия в ICP-OES. Уравнение на регресия. Калибрационни и рекалибрационни процедури. Количествен многоелементен анализ на отпадни води.
3. Масспектрометър с индуктивно свързана плазма *ICP-MS Agilent 7700*: йонизационен източник; интерфейс; мас-филтър; детектор. Количествен и полуколичествен ICP-MS анализ. Калибрация по методът на вътрешния стандарт.
4. Обобщение на методите на атомната спектрометрия.

WEB-материали за курса:

<http://web.uni-plovdiv.bg/kmetov/>

Лектор на курса:

доц. Веселин КМЕТОВ / ☎337/

Ръководител КАХКХ:

доц. В. СТЕФАНОВА