

ДОПОЛНЕНИЕ
к программе-минимум кандидатского экзамена по специальности
02.00.02 - аналитическая химия
«Инструментальные методы количественного химического анализа»

I. Теоретические основы атомно-спектральных методов.

Строение атома и квантовые числа электронов. Состояние электронов в атомах и образование атомных спектров. Электронные оболочки, их заполнение. Принцип Паули. Характеристика стационарных состояний, правила отбора. Потенциал возбуждения и ионизации атома. Спектр атома водорода. Спектр многоэлектронного атома. Мультиплетность энергетических уровней. Атомные спектры и периодическая система элементов Менделеева. Излучающие и поглощающие переходы. Вероятности переходов. Линейчатые, полосатые и сплошные спектры. Интенсивность спектральных линий эмиссии. Резонансные линии. Самопоглощение.

2. Атомно-эмиссионный спектральный анализ

2.1 Схема спектрального анализа. Зависимость интенсивности характеристического излучения от температуры и концентрации.

2.2 Источники возбуждения спектров в атомно-эмиссионном анализе. Основные характеристики источников возбуждения спектров.

2.3 Пламена, как источники атомизации и возбуждения.

2.4 Дуговой и искровой разряды. Связь интенсивности спектральных линий с концентрацией аналита и основными параметрами плазмы. Зависимость температуры и электронной концентрации от состава плазмы. Оптимальные условия возбуждения спектральных линий. Фон в спектре дугового и искрового разряда.

2.5 Плазменные источники возбуждения.

2.5.1 Высоочастотный индукционный плазменный разряд. Физические параметры и аналитические характеристики. Типы горелок. Влияния матричных элементов. Практическое применение.

2.5.2 Тлеющий разряд (лампа Грима). Способы поддержания и стабилизации разряда. Особенности тлеющего разряда в полой катодной лампе. Аналитические возможности применения различных вариантов тлеющего разряда.

2.5.3 Дуговые плазматроны. Преимущества и недостатки. Практическое использование.

2.6. Типы спектральных приборов. Призмные и дифракционные спектрографы. Спектральный диапазон. Дисперсия. Разрешающая способность.

2.7. Регистрация спектров. Основные типы приемников излучения и их характеристики.

2.8. Пробоподготовка, способ введения пробы в источник возбуждения. Образцы сравнения.

2.9. Качественный и полуколичественный анализ. Количественный атомно-эмиссионный спектральный анализ.

2.10. Атомно-эмиссионный спектральный анализ веществ высокой чистоты.

2.11. Особенности анализа объектов окружающей среды.

3. Атомно-абсорбционная спектрофотометрия.

3.1 Принцип атомно-абсорбционного анализа.

3.2 Основные узлы атомно-абсорбционного спектрофотометра и их назначение.

3.3 Пламенная и электротермическая атомизация. Выбор оптимальных условий анализа. Факторы, влияющие на пределы обнаружения элементов в атомно-абсорбционном анализе. Зеемановская коррекция фона.

3.4. Процессы, происходящие в атомизаторах, типы и механизмы матричных влияний. Способы подавления и устранения влияний в атомно-абсорбционном анализе.

3.5 Сравнение аналитических возможностей атомно-абсорбционного и атомно-эмиссионного методов спектрального анализа.

4. Рентгеновская спектрометрия.

4.1 Рентгеновские спектры, способы их возбуждения и регистрации.

4.2 Поглощение рентгеновского излучения Интенсивность рентгеновской флуоресценции Зависимость интенсивности флуоресценции от химического состава образца (Закон Мозли).

4.3 Аппаратура методов рентгеновской спектрометрии Источники первичного излучения Рентгеновская оптическая система Детекторы рентгеновского излучения.

4.4 Виды рентгеновской спектрометрии. Рентгенофлуоресцентный анализ Рентгеноэмиссионный анализ Рентгеноабсорбционный анализ Рентгеноспектральный микроанализ

4.5 Пробоподготовка в рентгеноспектральных методах

4.6 Сравнение аналитических характеристик методов рентгеновской спектроскопии и область их применения

5. Масс-спектрометрия.

5.1 Основы масс-спектрометрии для элементного анализа неорганических веществ

5.2 Типы масс-анализаторов: времяпролетные, квадрупольные, секторные.

5.3 Источники ионов: источники термической ионизации, искровой и лазерный ионные источники, индуктивно-связанная плазма, тлеющий разряд.

5.4 Методы регистрации ионов: фотографическая и электрометрическая регистрация.

5.5 Качественный, количественный и изотопный масс-спектрометрический

анализ неорганических веществ

5.6 Аналитические характеристики масс-спектрометрических методов анализа и области их применения

6. Ядерно-физические методы анализа.

6.1. Взаимодействие частиц с ядрами

6.2. Активационный анализ. Способы облучения: тепловые и быстрые нейтроны, заряженные частицы, гамма-кванты.

6.3 Радиохимическое разделение

6.4 Гамма-спектрометры

Аналитические характеристики и применение активационных методов анализа

7. Определение концентраций аналитов.

7.1 Методы градуировки: стандартные образцы, построение градуировочных графиков, метод добавок, метод двух стандартов.

7.2 Методы компенсации помех: внутренние стандарты, буферирование.

8. Метрология анализа.

Метрологические характеристики методов анализа. Повторяемость, воспроизводимость и правильность результатов. Диапазоны определяемых содержаний, пределы обнаружения элементов-примесей и методы их оценки. Доверительный интервал для найденной концентрации. Допускаемые расхождения результатов анализа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Золотов Ю. А., Вершинин В. И. История и методология аналитической химии. М.: Академия, 2007. 464 с.
2. Аналитическая химия. Новый справочник химика и технолога: в 3 т. СПб.: АНО НПО «Мир и Семья»; АНО НПО «Профессионал», 2004. Т. 3. С. 3–55.
3. Основы аналитической химии: учеб. для вузов: в 2 кн. / Ю. А. Золотов, Е. Н. Дорохова, В. И. Фадеева и др. М.: Высш. шк., 2000. Кн. 2. Методы химического анализа. 494 с.
4. Аналитическая химия: в 3 т. / Под. ред. Л. Н. Москвина. М.: Академия, 2008. Т. 1. Методы идентификации и определения веществ. 576 с.
5. Отто М. Современные методы аналитической химии. М.: Техносфера, 2008. 544 с.
6. Дробышев А.И. Основы атомного спектрального анализа. Изд-во С-Петербургского университета. 2000.
7. Зильберштейн Х.И. Спектральный анализ чистых веществ. Санкт-Петербург: Химия. 1994.
8. Васильев В.П. Аналитическая химия, кн. 2. Физико-химические

методы анализа. М.: Дрофа. 2002.

9. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. М.: БИНОМ. 2003.

10. Пупышев А.А. Практический курс атомно-абсорбционного анализа. Екатеринбург, 2003.

11. Сапрыкин А. И. Методы рентгеноспектрального анализа: Учеб. пособие / Новосиб. гос. ун-т. Новосибирск, 2011. 82 с.

12. **ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

Составил:

д.т.н. Сапрыкин А.И.

Утверждено Ученым Советом ИНХ СО РАН