

УДК 543(075.8)

ББК 24.4.я73

А64

Авторы:

Н. В. Алов (гл. 15), И. А. Василенко (гл. 10), М. А. Гольдштранх (гл. 8), Л. А. Грибов (гл. 19),
В. И. Дворкин (гл. 21), Ю. М. Дедков (гл. 20), Е. В. Ерохин (гл. 9), Ю. А. Ефимова (гл. 12, 13),
А. А. Ищенко (гл. 8, 10, 17), В. П. Колотов (гл. 14), А. Е. Лукьянов (гл. 16), А. А. Перов (гл. 9),
М. А. Прокурик (гл. 18), Н. М. Сергеев (гл. 10), Г. В. Фетисов (гл. 11)

Рецензенты:

заслуженный деятель науки Российской Федерации, зав. сектором химического анализа
Института геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН,

профессор, д-р хим. наук Н. Н. Басаргин;

зав. кафедрой общей и неорганической химии Российского государственного
университета нефти и газа им. И. М. Губкина, чл.-корр. РАН А. Г. Дедов

Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т. Т. 2 :

A64 учеб. для студ. учреждений высш. проф. образования / [Н. В. Алов и др.] ;
под ред. А. А. Ищенко. — М. : Издательский центр «Академия», 2010. —
416 с.

ISBN 978-5-7695-5818-4 (т. 2)

В двух томах учебника представлены важнейшие разделы современной аналитической химии. Во втором томе рассмотрены теоретические основы физико-химических методов анализа: атомной и молекулярной спектрометрии, рентгеновских, ядерно-физических и кинетических методов. Охарактеризованы особенности технического производственного контроля. Особое внимание уделено новым направлениям в аналитической химии: портативным аналитическим системам, спектральному анализу без использования стандартных образцов состава, методам локального анализа и анализа поверхности. Подробно описано применение статистических методов при обработке аналитического сигнала.

Для студентов учреждений высшего профессионального образования, обучающихся по химико-технологическим специальностям. Может быть полезен аспирантам, преподавателям и научным работникам.

УДК 543(075.8)

ББК 24.4.я73

*Оригинал-макет данного издания является собственностью
Издательского центра «Академия», и его воспроизведение любым способом
без согласия правообладателя запрещается*

ISBN 978-5-7695-5818-4 (т. 2)
ISBN 978-5-7695-5817-7

© Коллектив авторов, 2010

© Образовательно-издательский центр «Академия», 2010

© Оформление. Издательский центр «Академия», 2010

ОГЛАВЛЕНИЕ

Глава 8. Спектроскопические методы	3
8.1. Общая характеристика и классификация спектроскопических методов	3
8.2. Излучение и его взаимодействие с веществом	5
8.3. Приборы для спектрального анализа	11
8.4. Атомные спектральные методы	14
8.4.1. Основные принципы атомного спектрального анализа	14
8.4.2. Атомно-эмиссионная спектроскопия	22
8.4.2.1. Основные понятия	22
8.4.2.2. Элементы теории и разновидности метода АЭС	25
8.4.2.3. Метрологические характеристики метода АЭС	29
8.4.3. Атомно-абсорбционная спектроскопия	31
8.4.3.1. Основные понятия	31
8.4.3.2. Способы атомизации, селекции и детектирования	33
8.4.3.3. Метрологические характеристики метода ААС	33
8.4.4. Атомно-флуоресцентная спектрометрия	34
8.4.4.1. Основные понятия	34
8.4.4.2. Метрологические характеристики метода АФС	37
8.5. Молекулярные спектральные методы	39
8.5.1. Молекулярно-абсорбционный анализ в ультрафиолетовой и видимой областях спектра	39
8.5.1.1. Основные понятия	39
8.5.1.2. Спектрофотометрия неорганических и органических соединений	43
8.5.1.3. Фотометрическое титрование	47
8.5.2. Молекулярно-абсорбционный анализ в инфракрасной области	48
8.5.2.1. Основные понятия	48
8.5.2.2. Фурье-спектроскопия	54
8.5.2.3. Качественный анализ методом ИК-спектроскопии	57
8.5.3. Спектроскопия комбинационного рассеяния	59
8.5.3.1. Основные понятия	59
8.5.3.2. Качественный анализ методом спектроскопии комбинационного рассеяния	64
8.5.4. Люминесцентный анализ	65
8.5.4.1. Основные понятия	65
8.5.4.2. Теоретические основы люминесценции	67
8.5.4.3. Количественный и качественный люминесцентный анализ	82
8.6. Рентгеновский спектральный анализ	85
8.7. Рефрактометрический анализ	89

Глава 9. Масс-спектрометрия	96
9.1. Основные понятия	96
9.2. Принцип работы масс-спектрометра	97
9.3. Тандемная масс-спектрометрия	111
9.4. Хромато-масс-спектрометрия	112
9.5. Масс-спектрометры для элементного и изотопного анализа с ионизацией в плазме	112
9.6. Количественный и качественный анализ методом масс-спектрометрии	114
Глава 10. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса	122
10.1. Основные понятия	122
10.2. Параметры спектров ЯМР	126
10.2.1. Ширина линий	126
10.2.2. Химический сдвиг	127
10.2.3. Константы спин-спинового взаимодействия	131
10.3. Регистрация спектров ЯМР	134
10.4. Принцип работы импульсного спектрометра ЯМР	138
10.5. Методы двойного резонанса в спектроскопии ЯМР	139
10.6. Характеристики спиновых систем	141
10.7. Динамические эффекты в спектроскопии ЯМР	143
10.8. Изотопный обмен	145
10.9. Использование импульсных последовательностей в спектроскопии ЯМР	146
10.10. Второе измерение в спектроскопии ЯМР	149
10.11. Применение спектроскопии ЯМР	150
Глава 11. Рентгеновский фазовый анализ	153
11.1. Основные понятия	153
11.2. Техника рентгеновского фазового анализа	158
11.2.1. Рентгеновский дифрактометр	158
11.2.2. Образцы для рентгеновской дифрактометрии и фазового анализа	161
11.2.3. Инstrumentальные ошибки дифракционного эксперимента	163
11.2.4. Эталоны для рентгеновской дифрактометрии и фазового анализа	163
11.2.5. Обработка результатов измерения	165
11.3. Принципы рентгеновского фазового анализа материалов	167
11.4. Базы данных для рентгеновского фазового анализа	169
11.4.1. База данных PDF	169
11.4.2. Систематизация записей (карточек) в базах данных ICDD-PDF	170
11.4.3. Система обозначений качества карточек в базах ICDD-PDF	171
11.4.4. База данных PDF-4+	172
11.4.5. Новая база данных PDF-2	172
11.5. Рентгеновский количественный фазовый анализ	173
11.5.1. Общая характеристика	173
11.5.2. Методы рентгеновского количественного фазового анализа по отдельным линиям дифрактограммы	173

11.5.3. Методы полнoproфильного рентгеновского количественного фазового анализа	179	Глава 17. Методы локального анализа и анализа поверхности	266
11.6. Рентгеновский качественный фазовый анализ	181	17.1. Основные понятия	266
11.6.1. Идентификация неизвестных фаз.....	181	17.2. Неразрушающие методы	269
11.6.2. Анализ многофазных систем	182	17.3. Разрушающие методы	272
11.7. Чувствительность и точность рентгеновского фазового анализа	183	17.4. Перспективы и проблемы МЛААП	275
Глава 12. Кинетические методы анализа	186	Глава 18. Портативные аналитические системы	278
12.1. Основные понятия	186	18.1. Принципы создания миниатюризованных систем	278
12.2. Реакции нулевого порядка	187	18.2. Материалы и техника создания микроаналитических систем	280
12.3. Реакции первого порядка	187	18.3. Основные блоки микроаналитических систем	281
12.4. Применение кинетических методов в аналитической химии	189	18.4. Методы разделения в микрофлюидных системах	283
12.5. Особенности ферментативных каталитических реакций	193	18.5. Методы детектирования аналитического сигнала	290
Глава 13. Иммунологические методы анализа	196	18.6. Микросистемы полного химического анализа	297
13.1. Иммунохимические методы	196	Глава 19. Экспертные системы и спектральный анализ без использования стандартных образцов состава	301
13.2. Ферменты в иммунологическом анализе	202	19.1. Общие сведения	301
13.3. Иммуноферментный анализ	204	19.2. Молекулярно-структурный анализ как обратная задача	304
13.3.1. Классификация методов иммуноферментного анализа	204	19.3. Экспертные и информационно-поисковые системы	307
13.3.2. Твердофазный гетерогенный иммуноферментный анализ	206	19.3.1. Основные этапы работы экспертных систем	307
Глава 14. Ядерно-физические методы анализа	210	19.3.2. Элементы теории структурно-группового анализа по молекулярным спектрам	309
14.1. Основные понятия	210	19.3.3. Представление молекулярных структур в экспертных системах	311
14.2. Активационные ядерно-физические методы	216	19.3.4. Особенности использования спектров ЯМР в экспертных системах	312
14.2.1. Теоретические основы	216	19.4. Спектральный анализ с помощью экспертных систем	314
14.2.2. Нейтронно-активационный анализ	220	19.5. Анализ веществ методами ультрафиолетовой и видимой спектроскопии без использования стандартных образцов состава	317
14.2.3. Гамма-активационный анализ	227	19.6. Качественный и количественный анализ веществ методами спектроскопии с временным разрешением без использования стандартных образцов состава	321
14.2.4. Активационный анализ на заряженных частицах	228	Глава 20. Производственный аналитический контроль	325
14.3. Активационная авторадиография	229	20.1. Особенности производственного технического контроля	325
14.4. Неактивационные ядерно-физические методы	230	20.2. Пробоотбор	335
Глава 15. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия	232	20.2.1. Общие сведения	335
15.1. Основные понятия	232	20.2.2. Пробоотбор твердых материалов	337
15.2. Техника рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии	235	20.2.3. Пробоотбор газов	340
15.3. Качественное определение элементного состава поверхности	238	20.2.4. Пробоотбор жидкостей	342
15.4. Количественное определение элементного состава поверхности	240	20.2.5. Пробоотбор реагентов и особо чистых веществ	344
15.5. Качественное и количественное определение химического состава поверхности	241	20.3. Пробоподготовка	345
15.6. Аналитические характеристики и применение метода РФЭС	244	20.3.1. Методы вскрытия проб	345
Глава 16. Электронная микроскопия	246	20.3.2. Методы разложения проб	346
16.1. Основные понятия	246	20.3.3. Разрушение органических веществ (минерализация пробы)	352
16.2. Просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия	247	20.4. Методы разделения и концентрирования в техническом анализе	354
16.3. Электронные и ионные микроскопы	249	20.4.1. Общие положения	354
16.4. Современные сканирующие (растровые) электронные микроскопы	250	20.4.2. Индивидуальное и групповое концентрирование	356
16.5. Теоретические основы метода	253	20.4.3. Выбор методов разделения и концентрирования	358
16.6. Рентгеновский микроанализ	258	20.5. Методы технического контроля	360
16.7. Аналитическая электронная микроскопия	262		

Глава 21. Элементы метрологии в аналитической химии	363
21.1. Основные понятия	363
21.2. Аксиомы метрологии	364
21.3. Основные вопросы теории измерений	364
21.3.1. Классификация измерений	364
21.3.2. Принципы, методы и методики измерений	365
21.3.3. Средства измерений	366
21.3.4. Классификация погрешностей измерений	366
21.4. Эталоны физических величин	367
21.5. Метрологические характеристики средств измерений	369
21.6. Метрология количественного химического анализа	372
21.7. Методы обеспечения качества результатов химического анализа	375
21.7.1. Общие положения	375
21.7.2. Образцы сравнения и стандартные образцы	376
21.8. Исследование и аттестация методик количественного химического анализа	381
21.9. Аккредитация лабораторий	385
Приложение. Контроль объекта аналитический. Термины и определения. ГОСТ Р 52361 — 2005	388
Предметный указатель	396