



**ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«СЕВЕРО- ОСЕТИНСКИЙ МЕДИЦИНСКИЙ КОЛЛЕДЖ»
МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РСО-АЛАНИЯ**

МЕТОДИЧЕСКАЯ РАЗРАБОТКА ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ

***Учебная дисциплина: «ФИЗИКО – ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА И ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ»***

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 4

Тема

**УСТРОЙСТВО И ПРАВИЛА РАБОТЫ НА КОЛОРИМЕТРАХ.
ФОТОМЕТРАХ.**

Цели занятия:

Образовательные:

- Формирование практических умений в профессиональной деятельности.

Развивающие:

- Развитие речи, внимания, мышления, умения анализировать, обобщать, оценивать.
- Формирование умений и навыков практического характера.
- Развитие способности к имитации и навыков работы в сотрудничестве.

Воспитывающие:

- Способствовать формированию интереса студентов к предмету, воспитывать умение доказывать свое мнение.
- Воспитание культуры общения.
- Воспитывать чувство ответственности за результаты работы.
- Способствовать воспитанию чувства взаимодействия и сотрудничества.
- Создание условий для развития социального опыта будущего специалиста.

Тип занятия: сообщение новых знаний.

Вид занятия: практическое занятие.

Метод обучения: методика актуализации знаний.

Форма организации: групповая.

Средства технической поддержки работы: таблицы, муляжи, мультимедийные средства обучения

№	Структурные элементы	Содержание занятия	Методы
1	Введение в тему	Приветствие	Монолог
2	Мотивация учебной деятельности	Прослушивание диалога	Монолог Тестирование
3	Решение ситуационной задачи	Выбор правильного решения по предложенной ситуации	Кейс - метод
4	Рефлексия	Высказывание собственного мнения о проделанной работе	Обмен мнениями

План занятия:

1. Организационный момент.
2. Мотивация учебной деятельности.
 - Сообщение темы и целей.
3. Организация самостоятельной работы студентов:
 - Инструктаж по проведению практического занятия.

- Выдача методических указаний.
 - Выполнение задания.
 - Проверка выполненных работ, обсуждение допущенных ошибок и их коррекция.
4. Домашнее задание.
 5. Рефлексия.

Ход занятия:

1. Организационный момент.
2. Мотивация учебной деятельности:
 - Сообщение темы и целей урока.
 - План занятия для студентов.
 - Опрос студентов.
3. Организация самостоятельной работы студентов.
4. Проверка выполненных работ, обсуждение допущенных ошибок и их коррекция.
5. Домашнее задание.

Типы абсорбционных спектрометров

1. Колориметры и фотоколориметры

Фотоколориметры - приборы, предназначенные для определения количества окрашенного вещества путем измерения величин поглощения и пропускания в видимой части электромагнитного спектра.

2. Спектрофотометры

Основное отличие спектрофотометра от фотоколориметра состоит в возможности пропустить через исследуемый образец световой поток любой требуемой длины волны, проводить фотометрические измерения, сканируя (просматривая) весь диапазон длин волн не только видимого (VIS) света - от 380 до 750 нм, но и ближнего ультрафиолета (UV) - от 200 до 380 нм.

Последнее обстоятельство не исключает целесообразности выпуска недорогих спектрофотометров, не имеющих источника ультрафиолетового излучения и работающих только в видимой части оптического диапазона волн.

Целью упомянутого и очень важного режима работы спектрофотометров - режима сканирования - является построение спектральной кривой поглощения (абсорбции) и нахождение на ней пиков, а также исследование процессов интерференции и поиск ложных пиков, приводящих к ошибочным результатам при спектрофотометрических исследованиях.

3. Двуволновые спектрофотометры

В начале 50-х годов прошлого века Брайтон Чанс предложил новый метод измерения очень маленьких изменений поглощения сильно рассеивающих и мутных образцов. Основная идея очень проста. В то время как в двулучевой спектроскопии, где две кюветы, с образцом и сравнением, облучаются светом одной, но переменной длины волны, в двуволновой абсорбционной спектрофотометрии используется только одна кювета с образцом, которая облучается двумя различными длинами волн, и измеряется разница поглощений между 1 и 2.

Разрешение по длине волны здесь, в отличие от светосилы, имеет второстепенное значение. Поэтому в качестве "монохроматора" двуволнового спектрофотометра вполне подойдут узкополосные интерференционные фильтры. Они обладают большей светосилой, чем решеточные монохроматоры. Два луча света с длинами волн 1 и 2 посредством колеблющегося с частотой от 30 до 100 Гц зеркала попеременно облучают образец. Соответствующие сигналы $I(1)$ и $I(2)$ поступают на вход фазочувствительного усилителя, выходной сигнал которого после определенного преобразования подается для обработки на компьютер.

Кювета с образцом находится в специальном термостатированном держателе, гарантирующем постоянную температуру измерений.

4. Спектрофотометры с фотодиодной решеткой

Особым типом спектрофотометров являются приборы с фотодиодной решеткой или матрицей (PDA). Здесь свет от источника направляется непосредственно на образец и уже после этого - на дифракционную решетку, которая проецирует разложенный по поддиапазнам свет на фотодиодную решетку или матрицу. Последние содержат определенное количество фотодиодных датчиков, преобразующих световую энергию в электрические импульсы. Поэтому любой диапазон длин волн при подобной конструкции спектрофотометра дает свой "отклик" практически мгновенно, а не последовательно, как это имеет место в традиционной спектрофотометрии. Электрические импульсы с фотодиодов обычно обрабатываются микрокомпьютером с выводом результатов на дисплей. В зависимости от используемого для работы диапазона волн используются дейтериевая и/или вольфрамовая лампы.

Количество фотодиодов определяет разрешающую способность спектрофотометрического прибора. Применение фотодиодной решетки является важным элементом проведения кинетических исследований, что позволяет одновременно производить замеры исследуемого субстрата и образующегося в ходе реакции продукта при различных длинах волн. Использование данной схемы обеспечивает высокое быстродействие при работе спектрофотометра в режиме сканирования: менее одной секунды на диапазон сканирования.

Принцип работы спектральных приборов

Спектрофотометры позволяют разлагать белый свет в непрерывный спектр, выделять из этого спектра узкий интервал длин волн, в пределах которого световой пучок можно считать монохроматическим (ширина выделяемой полосы спектра 1 – 20 нм), пропускать изолированный пучок света через анализируемый раствор и измерять с высокой степенью точности интенсивность этого пучка. Поглощение света окрашенным веществом в растворе измеряют, сравнивая его с поглощением нулевого раствора. В фотометрическом спектрофотометре сочетаются два основных прибора: монохроматор, служащий для получения монохроматического светового потока, и фотоэлектрический фотометр, предназначенный для измерения интенсивности света.

Монохроматор состоит из трех основных частей: источника света, диспергирующего устройства (устройства, разлагающего белый свет в спектр) и приспособления регулирующего величину интервала длин волн светового пучка, падающего на раствор.

Для разложения света в спектр применяются стеклянные и кварцевые призмы, а также дифракционные решетки. Призмы обладают довольно большой дисперсией и большой светосилой. Кварцевые призмы дают возможность работать в ультрафиолетовой области спектра. Очень важной деталью спектрофотометра является щель, с помощью которой можно

регулировать интенсивность светового потока: чем меньше ее раскрытие, тем меньше света проходит через нее и тем уже интервал длин волн светового пучка, пропускаемого щелью.

Фотоэлектрический фотометр состоит из вакуумных фотоэлементов, усилителя постоянного тока и компенсирующего устройства (потенциометра), шкала которого проградуирована в единицах оптической плотности и процентах светопропускания.

В основу работы спектрофотометра положен принцип измерения отношения двух световых потоков: потока, прошедшего через исследуемый образец, и потока, падающего на исследуемый образец (или прошедшего через контрольный образец).

Световой пучок из осветителя попадает в монохроматор через входную щель и разлагается дифракционной решеткой в спектр. В монохроматический поток излучения, поступающий из выходной щели в кюветное отделение, поочередно вводятся контрольный и исследуемый образцы. Излучение, прошедшее через образец, попадает на катод фотоэлемента в приемно-усилительном блоке. Электрический ток, проходящий через резистор R_H , который включен в анодную цепь фотоэлемента, создает на резисторе падение напряжения, пропорциональное потоку излучения, падающему на фотокатод.

Усилитель постоянного тока с коэффициентом усиления близким к единице, обеспечивает передачу сигналов на вход микропроцессорной системы (далее - МПС), МПС по команде оператора поочередно измеряет и запоминает напряжения U_T и U , пропорциональные темновому потоку фотоэлемента, потоку, прошедшему через контрольный образец, и потоку, прошедшему через исследуемый образец. После измерения МПС рассчитывает коэффициент пропускания T исследуемого образца. Значение измеренной величины высвечивается на цифровом фотометрическом табло.

Основные узлы спектрофотометра

1. Источник света

Спектрофотометр UV/VIS (ультрафиолет + видимый свет) имеет два источника света: источник для видимого участка спектра и источник ультрафиолета - от 200 до 390 нм.

Источником видимого света служит вольфрамовая, как правило, галогенная лампа, дающая постоянный поток света в диапазоне 380 - 950 нм, являясь стабильным и долговечным источником световой энергии со средним сроком службы более 500 ч.

В качестве источника УФ используются водородные или дейтериевые лампы. Ультрафиолетовые лампы, содержащие дейтерий, имеют высокую интенсивность излучаемого потока и непрерывный спектр в диапазоне от 200 до 360 нм.

2. Кюветы

Как известно исследуемый образец помещается в специальные приставки. Для каждого вида образцов они разные. Для твердых - это специальные зажимы, а при спектральных измерениях жидких образцов используются специальные контейнеры из кварцевого стекла, так называемые кюветы.

В большинстве спектрофотометров применяются стандартные кюветы, которые предназначены для такого размещения, которое предусматривает горизонтальную траекторию луча света. Основным недостатком подобных кювет является то, что только небольшая часть образца (около 10%) освещается измеряющим светом. В случае большой ценности образца или доступности его в небольшом объеме, можно использовать микрокюветы или ультрамикрокюветы с объемом 50 или даже 2,5 мкл. Кюветы очень маленьких объемов проявляют капиллярные свойства, и возникают проблемы с образованием пузырьков воздуха, что требует дегазации. Наконец, из таких кювет сложно извлечь обратно образец.

3. Диспергирующий элемент

В спектрофотометрах в качестве диспергирующего элемента чаще всего используют призмы и дифракционные решетки.

Дифракционная решетка технологически более сложное изделие, чем призма. Большинство применяемых в настоящее время решеток изготовлены способом выжигания и голографического копирования и представляют собой пластины с большим числом параллельных штрихов - до нескольких сот на миллиметр.

Основным преимуществом использования призмы в спектрофотометре является ее низкая стоимость.

Преимущество дифракционных решеток состоит в том, что они обеспечивают линейную дисперсию света на всем диапазоне видимого и УФ спектров. Отрицательным моментом применения дифракционных решеток является их высокая стоимость в сравнении с призмами и светофильтрами.

Одной из самых важных характеристик монохроматоров является полоса пропускания, выражаемая в единицах длин волн - нанометрах.

Если интерференционные фильтры дают ширину пропускания в диапазоне 6-20 нм, то призмы и дифракционные решетки дают более узкую полосу - менее 5 нм, а следовательно, и большую "чистоту" (монохромность) света, падающего на кювету с образцом. Полоса пропускания является одной из важнейших характеристик спектрофотометра. Уменьшение полосы пропускания влечет за собой повышение разрешающей способности спектрофотометра - значимой характеристики качества спектрофотометрических приборов.