

**НИУ «Ташкентский институт инженеров ирригации и
механизации сельского хозяйства»
дисциплина «Инструментальные методы анализа»**

ТЕМА № .

**Инструментальные (физико-химические) методы
анализа.**

ЛИТЕРАТУРА

1. Лебедева М.И. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учеб. Пособие. Тамбов: Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2005. 216с.
2. Saloxiddinov A.T., Nishonov B.E., Razikova I.R., Yo‘ldosheva CH.A. "Ekologiya" fanidan laboratoriya ishlarini o‘tkazish bo‘yicha uslubiy qo‘llanma. TIQXMMI, Toshkent, 2016. 33b.
3. Инструментальные методы анализа: лаборатор. практикум: [учеб.-метод. пособие] / [В. И. Кочеров, И. С. Алямовская, Н. Е. Дариенко, С. Ю. Сараева Т. С. Свалова, А. И. Матерн]; под общ. ред. С. Ю. Сараевой; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал, федер. ун-т. - Екатеринбург : Изд-во Урал, ун-та, 2015. - 96 с. ISBN 978-5-7996-1385.
4. Химические и инструментальные методы анализа : учеб. пособие / С. Ю. Сараева, А. В. Иванова, А. Н. Козицина, А. И. Матерн ; под общ. ред. В. И. Кочерова ; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал. федер. унт. Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2021. — 216 с.

ПЛАН

- 1. Классификация инструментальных методов
- 2. Общие сведения о инструментальные (физико-химические) методы анализа.
- 3. Преимущества и недостатки.
- 4. Техника безопасности

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

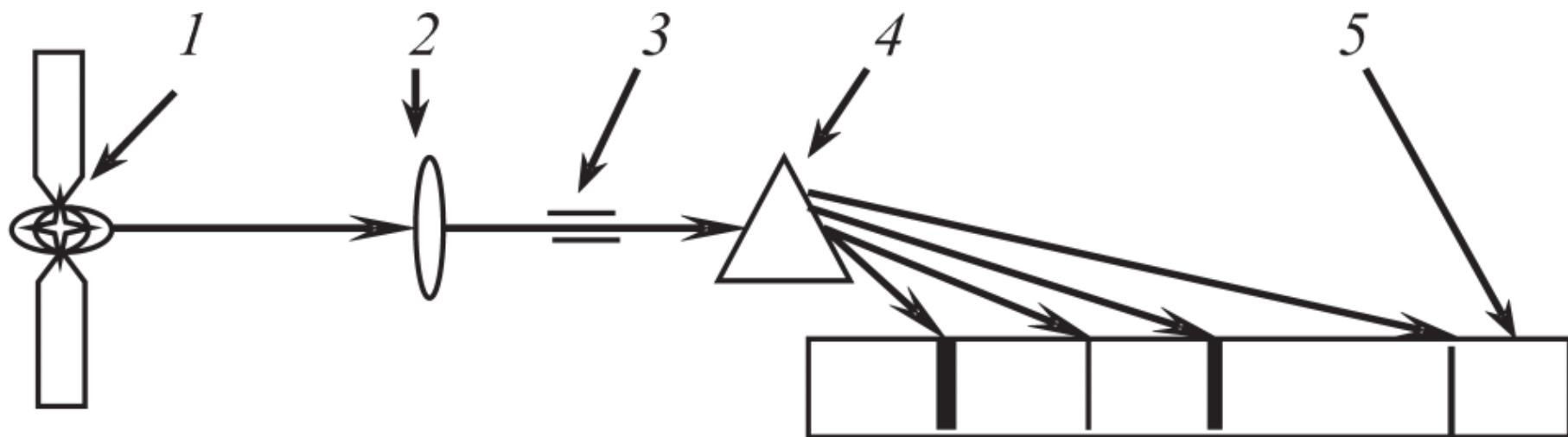


Рис. 3.1. Схематичное изображение получения спектральных линий от пробы методом АЭС:

- 1* — устройство для атомизации и возбуждения пробы (электрическая дуга);
2 — оптическая система линз; *3* — узкая щель; *4* — диспергатор; *5* — спектр

Классификация инструментальных методов анализа



Рис. 2. Классификация инструментальных методов анализа

Наибольшее значение имеют следующие группы инструментальных методов анализа (рис. 2).

- *Спектральные и другие оптические методы анализа*, основанные на измерении оптических свойств и различных эффектов, наблюдаемых при взаимодействии вещества с электромагнитным излучением.
- *Электрохимические методы анализа*, основанные на измерении электрических параметров.
- *Хроматографические методы анализа*, основанные на использовании сорбции в динамических условиях, применяются для разделения и анализа однородных многокомпонентных смесей.

Достоинства и недостатки инструментальных методов

Достоинства:

- Низкий предел обнаружения и малая предельная концентрации определяемого вещества
- Высокая чувствительность
- Высокая селективность
- Малая продолжительность проведения анализа, возможность их автоматизации и компьютеризации

Недостатки:

- Иногда воспроизводимость результатов хуже, чем при использовании классических химических методов анализа (гравиметрии, титриметрии)
- Высокие погрешности определений (до 20%)
- Сложность применяемой аппаратуры, ее высокая стоимость

Для получения АС, наиболее близкого к истинному, используют различные приёмы. Главным приёмом является *предварительное разделение*. При этом определяемый компонент выделяют в чистом виде.

Холостая проба содержит все компоненты, кроме определяемого. Она должна быть проведена через все стадии анализа. Сигнал холостой пробы вычитается из общего сигнала.

Эталон – это образцы, состав которых точно известен.

С измерением аналитического сигнала связаны отличительные особенности инструментальных методов анализа по сравнению с классическими методами:

- 1. Необходимость *предварительной калибровки шкалы приборов* с помощью эталонов.
- **Эталон** – это образцы, состав которых точно известен.
- Химические методы анализа, в отличие от инструментальных, являются безэталонными и позволяют непосредственно определять содержание вещества в пробе.
- 2. Обязательное *проведение холостой пробы* для устранения мешающего влияния примесей.
- 3. Необходимость *снижения шумов*, искажающих показания.

Приёмы определения неизвестной концентрации в инструментальных методах анализа

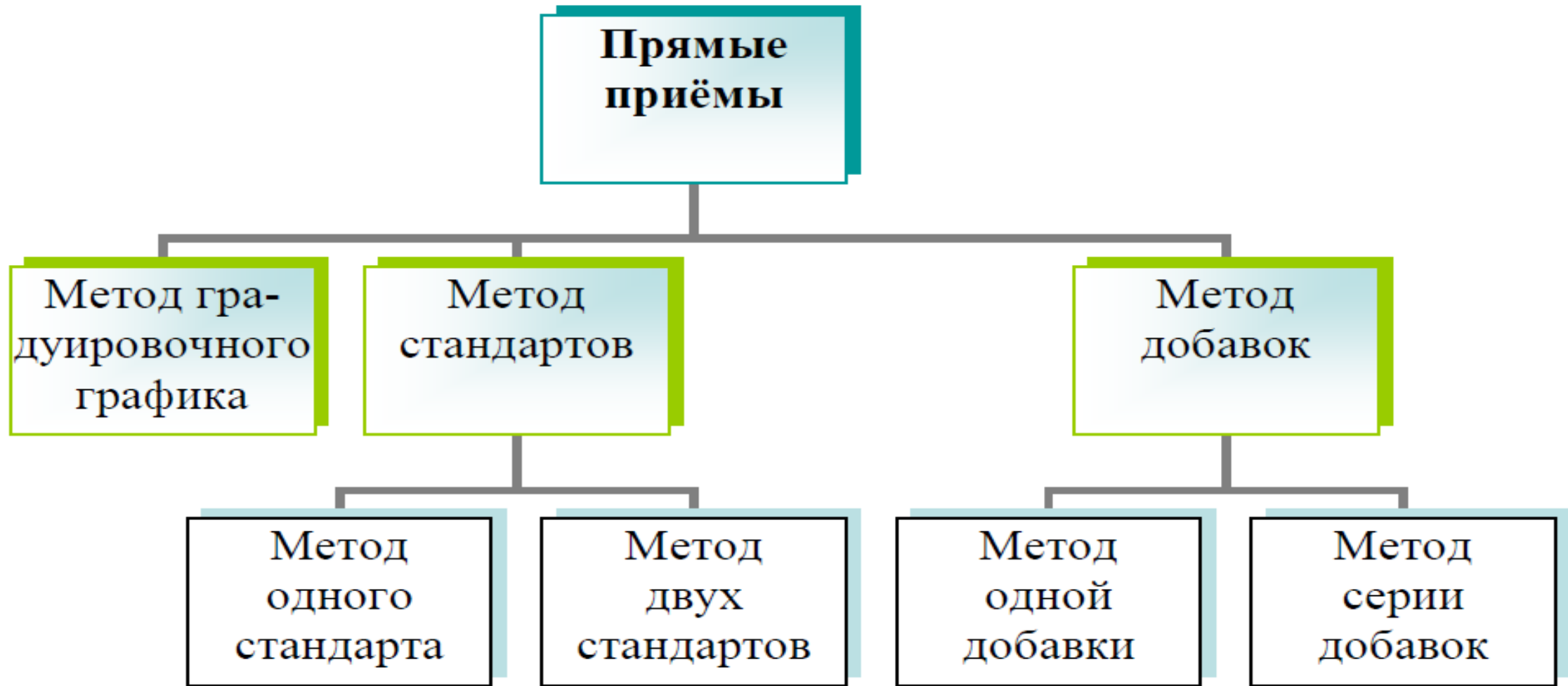


Рис. 5. Прямые приёмы определения неизвестной концентрации по величине аналитического сигнала

• Метод градуировочного графика

- Метод градуировочного графика – это графический приём нахождения неизвестной концентрации (C_x) по величине аналитического сигнала пробы (I_x).
- Для проведения анализа готовят серию стандартных растворов, измеряют величины АС этих растворов и строят градуировочный график $I = f(C)$ (рис.6).

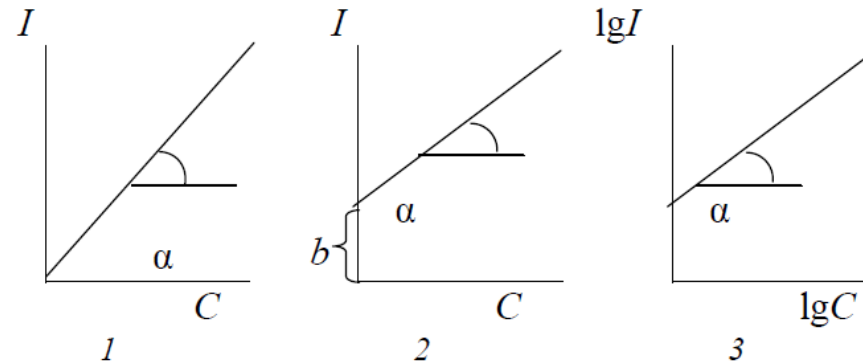


Рис. 4. Градуировочные графики для уравнений связи: $I - I = kC$;

Рис. 4. Градуировочные графики для уравнений связи

Метод стандартов (метод молярного свойства)

- Метод стандартов – это расчётный приём нахождения неизвестной концентрации. Он имеет две разновидности (рис. 5).
- 1. *Метод одного стандарта*. Для проведения анализа готовят один стандартный раствор с концентрацией определяемого вещества

$C_{ст}$, затем измеряют величины АС этого раствора ($I_{ст}$) и пробы (I_x) в одинаковых условиях.

Исходя из того, что $I_x = kC_x$ и $I_{ст} = kC_{ст}$, получаем:

$$k = \frac{I_x}{C_x} = \frac{I_{ст}}{C_{ст}}.$$

Отсюда выводим формулу, по которой рассчитывают неизвестную концентрацию:

$$C_x = C_{ст} \cdot \frac{I_x}{I_{ст}}.$$

2. *Метод двух стандартов (ограничивающих растворов)*. Для проведения анализа готовят серию стандартных растворов и измеряют величины АС этих растворов и пробы в одинаковых условиях. Затем выбирают два стандартных раствора – «ограничивающие растворы» – так, чтобы $C_1 < C_x < C_2$ и $I_1 < I_x < I_2$. Расчёт неизвестной концентрации проводят по формуле:

$$C_x = C_1 + \frac{(C_2 - C_1) \cdot (I_x - I_1)}{(I_2 - I_1)}$$

Особенность метода: оба варианта метода можно применять только в том случае, когда зависимость $I = f(C)$ является линейной.

Метод добавок

Сущность метода добавок заключается в том, что сначала измеряют АС пробы (I_x), а затем – АС той же пробы с добавкой стандартного раствора определяемого вещества ($I_{x+ст}$). Метод имеет две разновидности (рис. 4).

1. *Метод однократной добавки* является расчётным. Неизвестную концентрацию рассчитывают по формуле:

$$C_x = \frac{C_{ст}^0 \cdot V_{ст}}{V_{ст} + V_x} \cdot \frac{I_x}{I_{x+ст} - I_x},$$

где $C_{ст}^0$ – исходная концентрация стандартного раствора;
 $V_{ст}$ – объём стандартного раствора, добавленный к пробе;
 V_x – объём пробы.

2. *Метод серии добавок* является графическим. Для проведения анализа измеряют величины АС пробы и нескольких растворов той же пробы с добавками стандартного раствора. Строят график в координатах «Аналитический сигнал – концентрация добавки» и по нему находят C_x как величину отрезка, отсекаемого прямой на оси абсцисс (рис. 7).

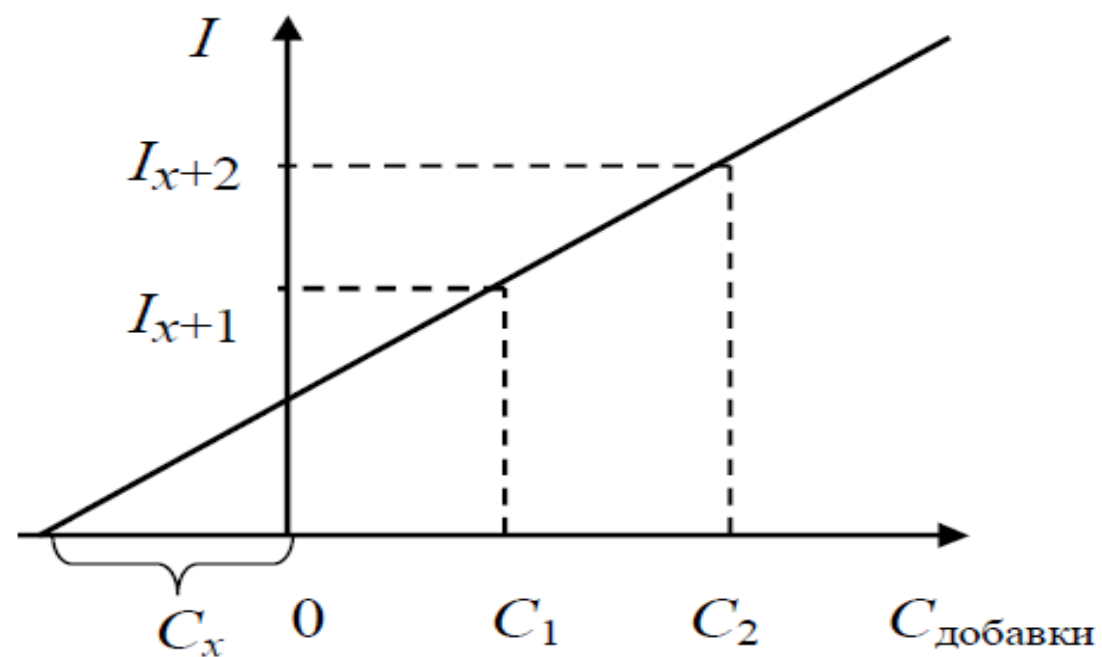


Рис. 7. Определение неизвестной концентрации методом добавок

КЛАССИФИКАЦИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

- Общее число ФХМА довольно велико – оно составляет несколько десятков. Наибольшее практическое значение среди них имеют следующие группы: спектральные и другие оптические методы, электрохимические, хроматографические и методы разделения и концентрирования.
- I группа. это методы, основанные на измерении оптических свойств анализируемых систем: спектральный, фотометрический, люминесцентный, рефрактометрический и поляриметрический.
- II группа. Вторая группа методов основана на измерении электрической проводимости, потенциалов и других свойств, включает в себя электролитический, кондуктометрический, потенциометрический и полярографический.
- III группа. включает экстракцию, хроматографию.

Усвоение технических требований безопасности при работе в лаборатории

- Химическая лаборатория имеет специальное оборудование, различное дорогостоящее оборудование, ядовитые, агрессивные, горючие, взрывоопасные химические реактивы, а также инфраструктуру, необходимую для химического анализа, а именно станции водоснабжения, электро- и газоснабжения, канализации, вентиляционные сети. Поэтому обязательным является соблюдение правил безопасности специального оборудования и жизнедеятельности при работе в лаборатории.
- При проведении анализа необходимо соблюдать требования технической безопасности в соответствии со следующими требованиями ГОСТ:

Обозначение нормативного документа	Наименование нормативного документа
<u>ГОСТ 12.1.005-88</u>	Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
<u>ГОСТ 12.1.014-84</u>	Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Метод измерения концентраций вредных веществ индикаторными трубками
<u>ГОСТ 12.1.016-79</u>	Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ
<u>ГОСТ 17.2.4.02-81</u>	Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ.
<u>ГОСТ 17.2.6.02-85</u>	Охрана природы. Атмосфера. Газоанализаторы автоматические для контроля загрязнения атмосферы. Общие технические требования.
<u>ГОСТ ИСО 14644-1-2002</u>	Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха

- - работа с химическими реактивами - по ГОСТ-12.1.007-76;
- - при работе с электрооборудованием электробезопасность - по ГОСТ-12.1.019-79;
- - организация обучения рабочих технике безопасности при работе - по ГОСТ-12.0.004-90;
- - лабораторный корпус должен соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ-12.1.004-91 и быть обеспечен средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.000-83

I группа.

- Спектральные методы анализа основаны на измерении оптических свойств вещества (испускание, поглощение, рассеивание, отражение, преломление, поляризация света), проявляющихся при взаимодействии электромагнитного излучения с веществом.
- **Оптические методы анализа классифицируют различным образом, а именно:**
- [?] По изучаемым объектам: атомный и молекулярный спектральный анализ.
- [?] По характеру взаимодействия электромагнитного излучения с веществом:
- 1 Атомно-абсорбционный анализ. В основе метода лежит измерение поглощения монохроматического излучения атомами определяемого вещества в газовой фазе после атомизации вещества.
- 2 Эмиссионный спектральный анализ. В основе метода лежит измерение интенсивности света, излучаемого веществом при его энергетическом возбуждении, например, в плазме электрического разряда

I группа.

- 3 Пламенная фотометрия. Основана на использовании газового пламени в качестве источника энергетического возбуждения излучения.
- 4 Молекулярный абсорбционный анализ. В основе метода лежит измерение светопоглощения молекулами или ионами изучаемого вещества.
- 5 Люминесцентный анализ. В основе метода лежит измерение интенсивности излучения люминесценции, т.е. испускания излучения веществом под воздействием различных видов возбуждения.
- 6 Спектральный анализ с использованием эффекта комбинационного рассеяния света (Раман-эффекта). Основан на измерении интенсивности излучения при явлении комбинационного рассеяния света.
- 7 Нефелометрический анализ. Основан на измерении рассеивания света частицами света дисперсной системы (среды).
- 8 Турбидиметрический анализ. Основан на измерении ослабления интенсивности излучения при его прохождении через дисперсную среду.
- 9 Рефрактометрический анализ. Основан на измерении показателей светопреломления веществ.
- 10 Поляриметрический анализ. Основан на измерении величины оптического вращения – угла вращения плоскости поляризации света оптически активными веществами.

II группа.

- Электрохимические методы анализа, основаны на электродных реакциях и на переносе электричества через растворы.
- Электрохимические процессы – это такие процессы, которые сопровождаются одновременным протеканием химических реакций и изменением электрических свойств системы, которую в подобных случаях можно назвать электрохимической системой.
- Электрохимические методы анализа классифицируют различным образом, а именно:
- ☐ По учету природы источника электрической энергии в системе:
- 1 Методы без наложения внешнего (постороннего) потенциала. Источником электрической энергии служит сама электрохимическая система, представляющая собой гальванический элемент (гальваническую цепь). К таким методам относятся потенциометрические методы.

II группа.

2 Методы с наложением внешнего (постороннего) потенциала. К таким методам относятся:

- а) кондуктометрический анализ, основанный на измерении электрической проводимости функции их концентрации;
- б) вольт амперометрический анализ основанный на измерении тока как функции приложенной известной разности потенциалов и концентрации раствора;
- в) кулонометрический анализ, основанный на измерении количества электричества, которое расходуется в ходе электрохимической реакции;
- г) электрогравиметрический анализ, основанный на измерении массы продукта электрохимической реакции;
- д) электролиз – химическое разложение вещества под действием электрического тока.

III группа.

- Значение методов разделения и концентрирования в физико-химических методах анализа трудно переоценить. Эти методы основаны на выделении или сорбции (десорбции) некоторых или всех компонентов исследуемого образца.

Методы разделения и концентрирования делят:

- Экстракция. Основана на разделении смеси жидких или твердых веществ с помощью избирательных растворителей.
- Хроматография. Основана на сорбционных процессах.

Хроматографический процесс заключается в перемещении подвижной фазы, содержащей компоненты разделяемой смеси, относительно неподвижной.