

Дисциплина

***Физико-химические
методы анализа***

Обеспечение дисциплины



Воронова Олеся Александровна
Доцент ОХИ, к.х.н.

Лекции, лабораторные занятия
ИДЗ, коллоквиумы



Патласова Светлана Евгеньевна
Ассистент ОХИ



Сакиб Мухаммад
Ассистент ОХИ, к.х.н.
Лабораторные занятия, коллоквиумы



Рахметуллин Даниил Айдарович
Лабораторные занятия, коллоквиумы

Структура дисциплины

Хроматографические методы	2 лабораторные работы 1 индивидуальное задание 1 коллоквиум
Оптические методы	2 лабораторные работы 1 индивидуальное задание 1 коллоквиум
Электрохимические методы	2 лабораторные работы 1 индивидуальное задание 1 коллоквиум

1. Учебники:

Основы аналитической химии. Под ред. Ю.А. Золотова

Аналитическая химия. Васильев В.П.

2. Учебные пособия:

Гиндуллина Т.М , Дубова Н.М

Хроматографические методы анализа, 2011

Короткова Е.А., Гиндуллина Т.М., Дубова Н.М., Воронова О.А.

Физико-химические методы исследования и анализа, 2011

Гиндуллина Т.М , Дубова Н.М

Аналитическая химия и ФХМА. Лабораторный практикум, 2013

Чернышова Н.Н., Воронова О.А.

Основы аналитической химии и химического анализа (для геологов), 2012

Часть 1

Введение в ФХМА

Методы по природе АС

Химические
(использование химической реакции)

Качественный

Количественный

титриметрия

гравиметрия

Инструментальные
(изменение физического свойства)

Физические
(без протекания химической реакции)

Физико-химические
(с протеканием химической реакции)

Биологические
(реакции, протекающие в живых организмах или с участием выделенных из них биологических субстратов)

Аналитический сигнал

- **измеряемый** сигнал, **регистрируемый** в ходе анализа пробы вещества.
- **химическое или физическое свойство** определяемого компонента, которое **зависит** от природы вещества и его содержания в пробе.

Несет информацию как **качественного** (*экстенсивные свойства*), так и **количественного** (*характера*) (*интенсивные свойства*).

Наибольшее **практическое** значение среди ФХМА имеют следующие:

- **хроматографические** - на способности различных веществ к избирательной сорбции
- **спектральные (оптические)** - на измерение оптических свойств веществ
- **электрохимические методы** - на измерении электрохимических свойств систем

■ *радиометрические* - на
измерении радиоактивных
свойств веществ

■ *термические* - на измерении
тепловых эффектов
соответствующих процессов

■ *масс-спектрометрические* - на
изучении ионизированных
фрагментов (осколков) веществ

АС - изменения каких-то физических свойств при протекании хим реакции

Метод	Кач. хар-ка	Колич. хар-ка
Хроматография	t , мин время удерживания	S , см ² площадь пика (пятна)
Спектроскопия	λ , нм длина волны	<i>Интенсивность пропускания (Т) или поглощения (А)</i>
Электрохимия: <i>амперометрия, вольтамперометрия</i>	E , В потенциал	I , мкА ток пика

Достоинства ФХМА:

- высокая чувствительность и низкий предел обнаружения ($10^{-5} \div 10^{-10} \%$);
- экспрессность
- полная или частичная автоматизация
- селективность, специфичность
- дистанционный анализ
- неdestructивный анализ
- послойный и локальный анализ (металловедение, минералогия)

Недостатки ФХМА:

- иногда (не всегда) воспроизводимость хуже, чем в классических КХМА
- низкая точность (погрешность 2-5 %, иногда достигает до 20 %) по сравнению с классическими КХМА (0.1-0.5 %)
- сложность оборудования, его высокая стоимость
- требуются эталоны, стандартные растворы, градуировочные графики

Методы оценки количества вещества

Методы прямых измерений

Основан на использовании стандартных образцов или стандартных растворов.

Используется *зависимость* AC от природы анализируемого вещества и его концентрации.

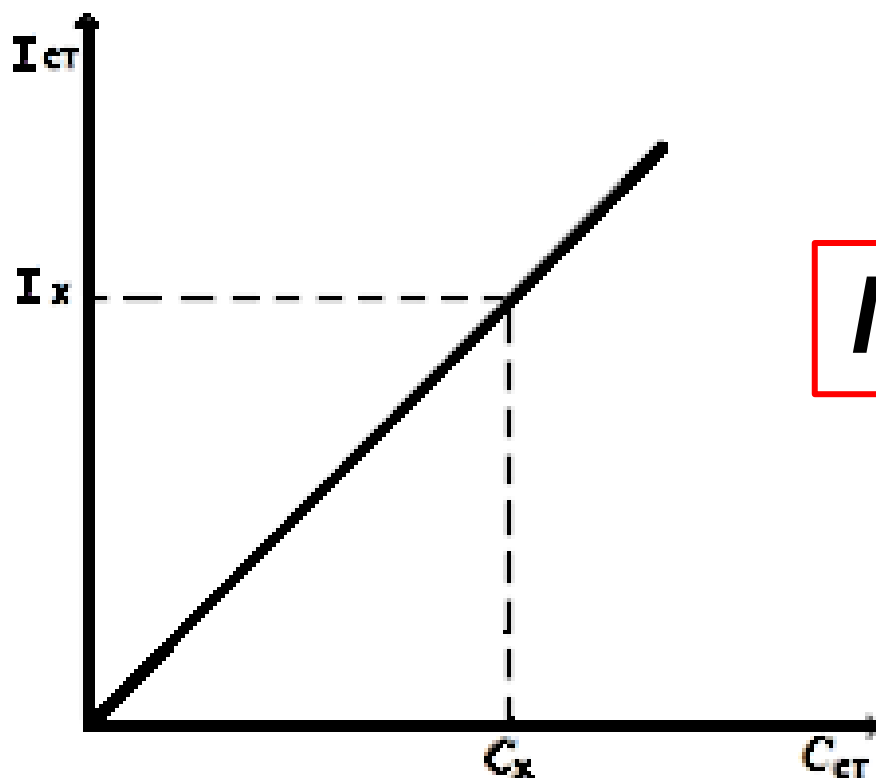
Простое линейное соотношение:

$$I = A \cdot C$$

где I - измеряемый сигнал

A - константа, C - концентрация

1. Метод градуировочного графика



$$I_x = A \cdot C_x$$

Градуировочный график зависимости интенсивности $A \cdot C$ от концентрации вещества в растворе.

2. Метод стандартов

$$I_{\text{ст}} = A C_{\text{ст}}$$

$$I_x = A C_x$$

$$C_x = C_{\text{ст}} \frac{I_x}{I_{\text{ст}}}$$

3. Метод добавок

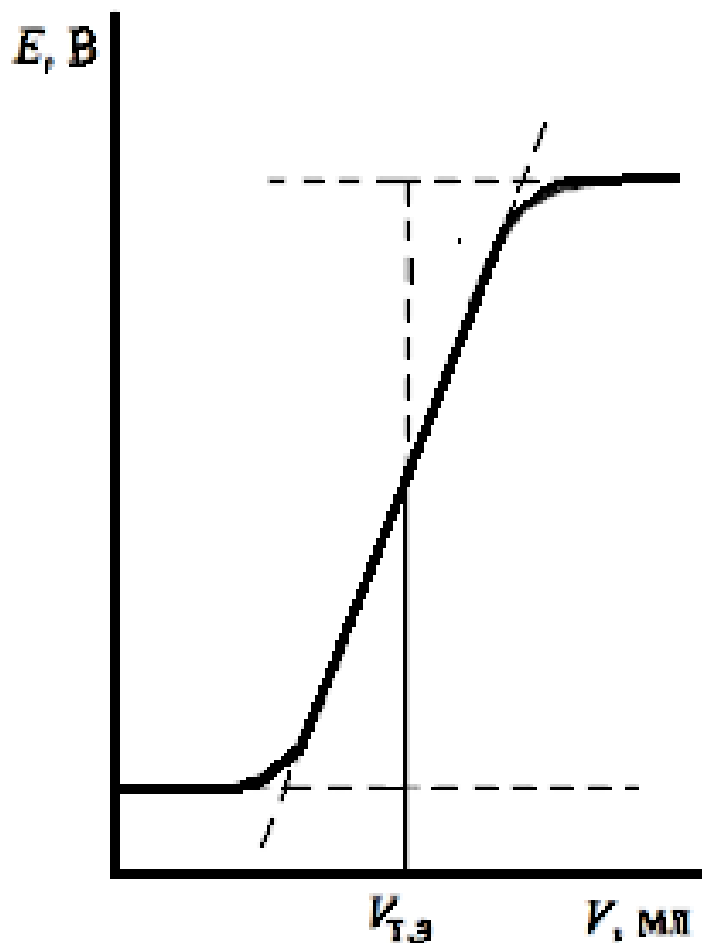
$$I_x = A C_x$$

$$I_{x+CT} = A [C_x + C_{CT}]$$

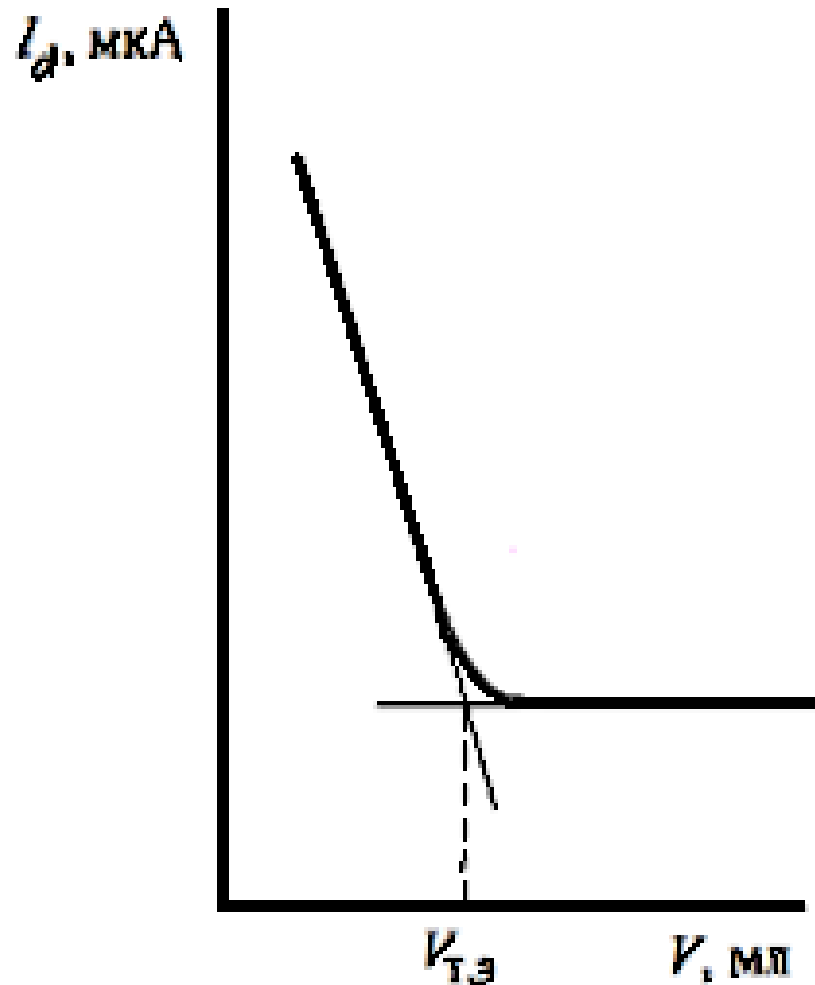
$$C_x = C_{CT} \frac{I_x}{I_{x+CT} - I_x}$$

Метод титрования (косвенный)

1)



2)



Потенциометрическое (1) и амперометрическое титрование (2)