



**АНАЛИТИЧЕСКАЯ
ХИМИЯ.**

(ФХМА)

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ
СИСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ)
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

Преподаватель

- * Страшко Александр Николаевич,
 - * ассистент, канд. техн. наук
 - * E-mail: Strashkoan@tpu.ru

Физико-химические методы анализа

№	Наименование разделов и дисциплин	Всего часов	В том числе			Форма контроля
			ЛК	ЛБ	ПР	
1	Введение. Предмет и задачи курса. Основные термины и понятия	2	2	0	0	
2	Классификация физико-химических методов анализа	2	2	0	0	
3	Спектральные методы анализа	2	2	0	0	
4	Люминесцентная спектроскопия.	4	4	0	0	
5	Атомно-эмиссионный анализ.	2	2	0	0	
6	Атомно-абсорбционный анализ.	2	2	0	0	
7	Рентгенофлуоресцентный анализ	2	2	0		
8	Инфракрасная спектроскопия.	2	2	0		
9	Масс-спектрометрический анализ.	2	2	0		
10	Хроматографические методы анализа	1	1			
11	Термические методы анализа	1	1			
12	Электрохимические методы анализа	2	2			
		24	24			

Пример экзаменационного билета

ЗАЧЕТНЫЙ БИЛЕТ № _____ 1 _____

По дисциплине Физико-химические методы анализа _____ .

Институт _____ ФТИ _____

1. Атомно-эмиссионный анализ. (20 баллов)
2. Устройство рентгенофлуоресцентного спектрометра. (10 баллов)
3. Классификация физико-химических методов анализа по точности результатов. (10 баллов)

Составил _____ к.т.н., ассистент Страшко А.Н.

Утвердил: Зав. кафедрой _____ д.х.н., доцент Крайденко Р.И.

Литература курса

1. Ю. А. Золотов и др. Основы аналитической химии Кн. 1, 2. — М.: Высш. шк., 2000.
2. А.П. Крешков Основы аналитической химии т. 1-3 - М.: Химия, 1976
3. В.П. Васильев Аналитическая химия. ч. 1, 2. М.: Высш. шк., 1989.

Персональная страница:

[Главная](#) > [Персональные сайты](#) > [Страшко Александр Николаевич](#) > Учебная работа > ФХМА

Литература курса

4. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика. т.1,2.-М.:Высшая школа, 2001,615 с., 559 с.
5. Цитович И.К. Курс аналитической химии. -М.: Высшая школа, 1994.-495 с
6. Юинг Г.В. Инструментальные методы химического анализа. - М.: Мир, 1989. - 608 с.
7. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. - 243с.
8. Основы аналитической химии. Практическое руководство. Под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Химия, 2001,463 с.
9. Алесковский В.Б. и др. Физико-химические методы анализа.– Л.: Химия, 1988.– 376 с.
10. Практикум по физико-химическим методам анализа. Под ред. О.М. Петрухина М.: Высшая школа, 1987, 244 с.
11. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа / Под ред. О.М. Петрухина. – М.: Химия, 2001. – 496 с.
12. Физико-химические методы анализа: Практическое руководство. / Под ред. В.В. Алесковского – Л.: Химия, 1988. – 376 с.
13. Справочное руководство по аналитической химии и физико-химическим методам анализа : уч. пособие для вузов / И.В. Тикунова [и др.]. — М.: Высшая школа, 2009. — 413 с.

Интернет-ресурсы

Интернет-ресурсы:

1. <http://www.ximuk.ru> – сайт химиков
2. <http://chem21.info> – справочник химика
3. <http://www.chemport.ru/>

ХИМИЯ



- Химическая теория
- Химических синтез
- Химическая технология
- Аналитическая химия

19 век – Аналитическая химия выделяется в отдельную науку

Я. Берцелиус (1779-1848):

«В ходе качественного анализа необходимо установить какие из веществ, которые как можно предполагать, содержатся в образце, действительно там находятся, и одновременно доказать, что никаких других веществ в нем нет»

Базовая терминология аналитической химии

Методы анализа

универсальные и теоретически обоснованные способы определения состава вещества



Проба

предмет аналитического исследования



Средства анализа

реактивы, стандартные образцы, приборы



Аналитическая химия.

Аналитик как «ученый -детектив»

Задачи :

Определение состава веществ или главных компонентов в их смесях

Методы определения следовых количеств

Установление структуры молекул и твердых тел

Контроль производственных процессов и состояния окружающей среды

Аналитическая химия.

Аналитик как «ученый -детектив»

Чем занимается аналитическая химия ?

Разработкой методов, аппаратуры и общей стратегии исследования качественного и количественного состава веществ и отдельных химических компонентов

Исследованием пространственной структуры веществ

Изменением состава вещества во времени (контроль процессов, изучение кинетики и т.д.)

Аналитическая химия.

Аналитик как «ученый -детектив»

**На какие вопросы
необходимо ответить перед
проведением анализа?**

Что необходимо проанализировать?

(что является объектом анализа)?

Как провести отбор пробы?

Какую информацию необходимо получить?

(Требуется ли проводить комплексный анализ)?

Зачем проводить анализ (ПДК, СНИПы, контроль)?

Сферы задач аналитической ХИМИИ

Что необходимо определить?

Элементный анализ

Элемент

Соединение

Вещественный анализ



Элементный и вещественный анализ

Качественный анализ

Количественный анализ

Структурный анализ

Распределительный анализ

Производственный анализ

Да-Нет?
Что?

Сколько?

Какое
простр.
строение?
Структура
твёрдого
тела?

В
глубине?
На
поверхнос-
ти?
В объёме?

В потоке?
В
процессе
?

Сущность Качественного анализа

Обнаружение проводится путем *идентификации* веществ.

Идентификация – это установление идентичности исследуемого химического соединения с уже известным веществом путем сравнения их физических и химических свойств.

Идентификация вещества в качественном анализе проводится по возможности протекания реакции с данным реагентом

Эффективность протекания реакции характеризуется **аналитическим сигналом**

ПРОЦЕСС АНАЛИЗА



Отбор пробы



- проба должна быть представительной по отношению к объекту анализа;
- проба не должна содержать никаких загрязнений; |
- проба должна быть устойчивой (консервация пробы до анализа);
- количество пробы должно быть достаточным для анализа.

Пробоподготовка



Физические методы (удаление влаги, измельчение)

Растворение, разложение, плавление, элюирование

Разделение и концентрирование

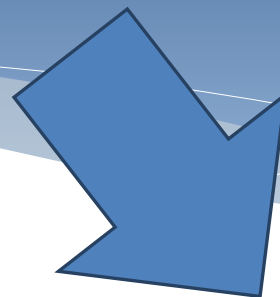
Введение и удаление матрицы



Измерение



**Химические
реакции**



**Физические
взаимодействия**



Химические
методы анализа

+

Физические методы
анализа

Физико-химические методы анализа

Методы аналитической химии

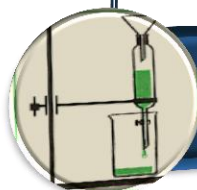
Методы
аналитической
химии



Методы пробоотбора



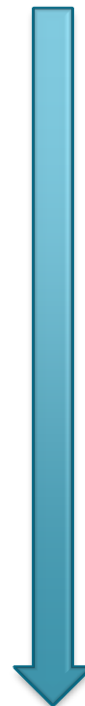
Методы разложения проб



Методы разделения и
концентрирования



Методы обнаружения и
определения



Методы обнаружения и определения

Методы
обнаружения
и определения



Химические методы анализа



Физико-химические методы анализа



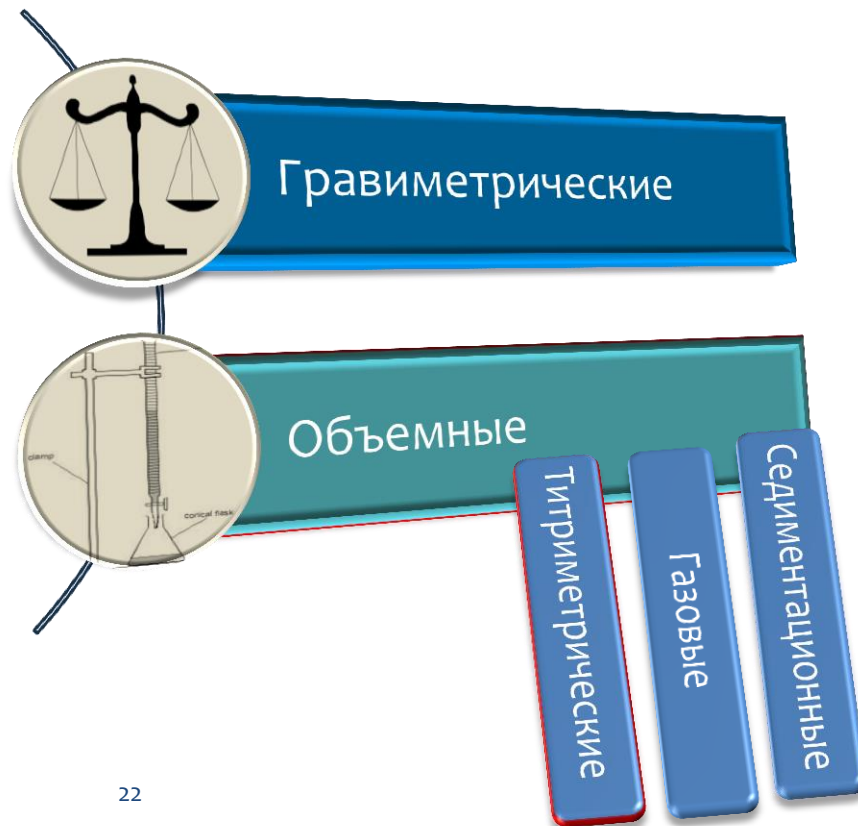
Физические методы анализа



Биологические методы анализа

Химические методы анализа

Химические
методы
анализа

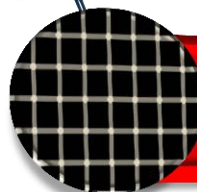


Физико-химические методы анализа

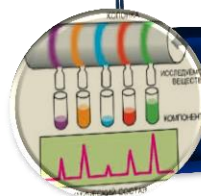
Физико-
химические
методы анализа



Электрохимические методы анализа



Оптические методы анализа



Хроматографические методы анализа



Термические методы анализа

Физико-химические методы анализа (ФХМА)

Физико-химические методы анализа (ФХМА) – условное название большого числа методов качественного и количественного анализа, основанных на измерении различных химических и физических свойств соединений или простых веществ с использованием соответствующих приборов.

Измеряемые показатели:

плотность,
поверхностное натяжение,
вязкость,
поглощение лучистой энергии,
показатель преломления,
теплопроводность,
температуру фазовых превращений и другие свойства.

Относятся к
инструментальным методам
анализа

Принцип работы

Методы основаны на взаимодействии вещества с потоком энергии

Физико-химические методы анализа

Физические
методы
анализа

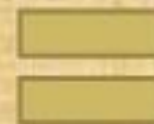
Кинетические методы анализа

Спектроскопические методы
анализа

Радиоспектроскопические
методы анализа

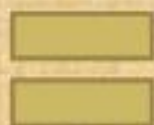
Ядерно-физические методы
анализа

ФХМА и ФМА



ФХМА

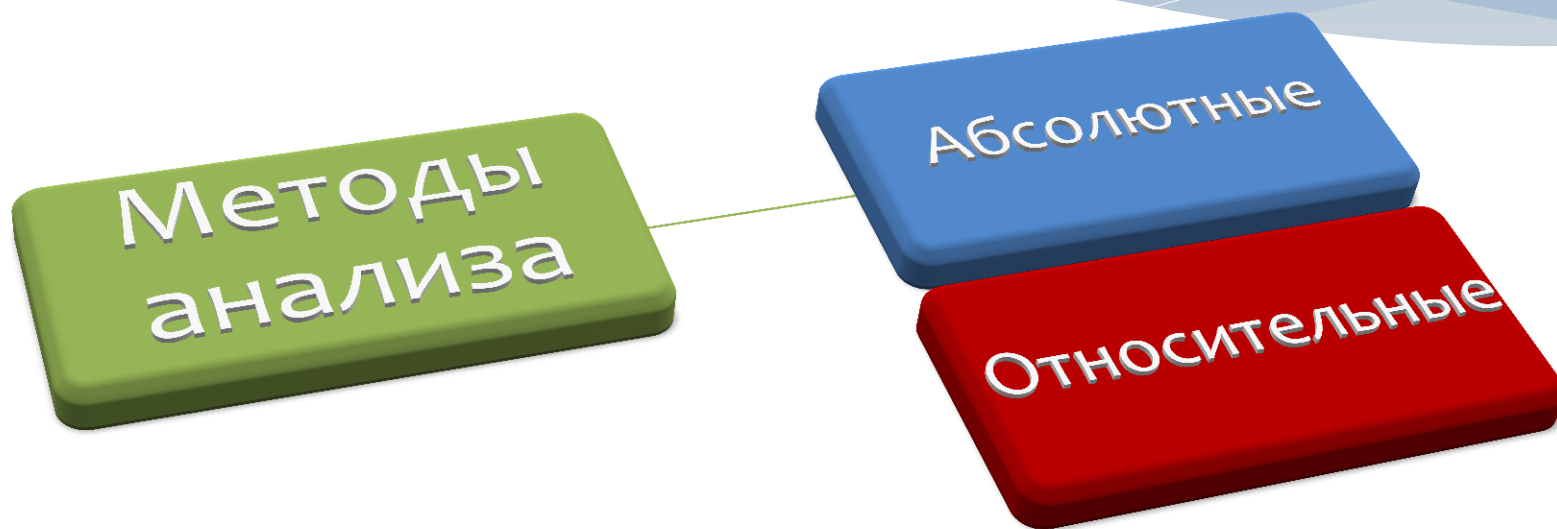
Аналитическая форма



ФМА

**АНАЛИТИЧЕСКИЙ
СИГНАЛ**

Разновидности методов анализа



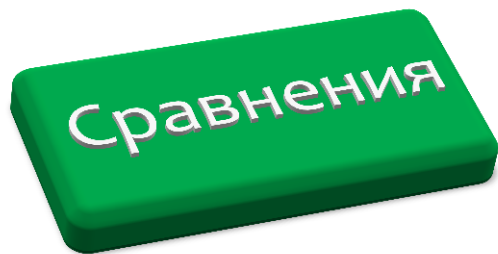
Абсолютные методы – определяют при помощи фундаментальных постоянных и законов

Относительные методы – определяют по параметрам зависимости $Y = f(C)$

Методы определения концентрации



Методы определения концентрации . Метод сравнения.



Измеряется интенсивность
аналитического сигнала $Y_{эт}$
Затем в тех же условиях измеряется
интенсивность сигнала y
анализируемой пробы Y_x и по
соотношению с рассчитывается
концентрация анализируемого
компонента.

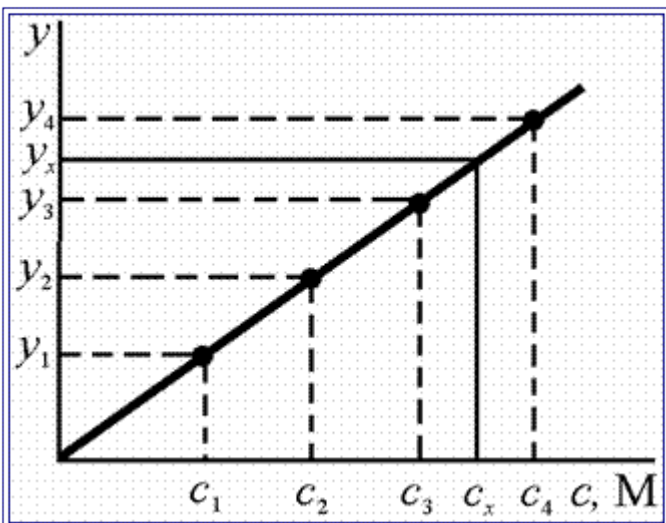
$$C_x = \frac{y_x C_{эт}}{y_{эт}}$$

Методы определения концентрации . Метод градуировочного графика

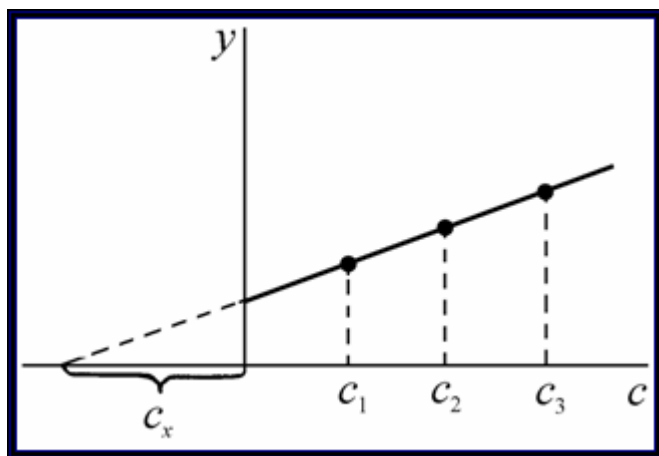
Метод градуировочного графика

В этом методе измеряется интенсивность сигнала Y нескольких стандартных образцов и строится градуировочный график обычно в координатах $Y = f(c)$, где c — концентрации определяемого компонента в стандартном образце или стандартной растворе.

Затем в тех же условиях измеряется интенсивность сигнала y анализируемой пробы и по градуировочному графику находится концентрация определяемого вещества.



Методы определения концентрации. Метод добавок.



В этом методе сначала измеряется интенсивность аналитического сигнала пробы, затем в пробу вводится известный объем раствора до концентрации $C_{\text{СТ}}$ и снова измеряется интенсивность сигнала. Y_x — интенсивность аналитического сигнала пробы, $Y_{x+\text{СТ}}$ — интенсивность сигнала после добавки стандартного раствора.

$$C_x = C_{\text{СТ}} \frac{Y_x}{Y_{x+\text{СТ}} - Y_x}$$

Способы количественных определений



Градуировочной функции (стандартных серий)

1. с помощью стандартных веществ получают **ряд растворов с точно известными концентрациями определяемого компонента (стандартной серией)**.
2. проводят анализ этой стандартной серии и по полученным данным вычисляют значение чувствительности K .
3. измеряют интенсивность аналитического сигнала A в исследуемом объекте и вычисляют количество искомого компонента с помощью уравнения связи или находят по градуировочному графику.



стандартов (сравнения)

1. применим только для линейной градуировочной функции. **Определение данного компонента проводят в стандартном образце** и получают
$$A_{ст} = K \cdot n_{ст}$$
$$A_x = K \cdot n_x$$
2. определяют в анализируемом объекте
$$\frac{A_{ст}}{A_x} = \frac{n_{ст}}{n_x}$$
3. Делением первого уравнения на второе исключают чувствительность
$$n_x = n_{ст} \frac{A_x}{A_{ст}}$$
4. вычисляют результат анализа



стандартных добавок

- применим только к линейной градуировочной функции.
1. **проводят анализ навески исследуемого объекта и получают**
$$A_x = K \cdot n_x$$
 2. к навеске добавляют известное количество определяемого компонента и после анализа получают
$$A_{x+доб} = K(n_x + n_{доб})$$
 3. Делением первого уравнения на второе исключают K и получают формулу для расчёта результатов анализа:
$$n_x = \frac{A_x n_{доб}}{A_{x+доб} - A_x}$$

Стандарты



Аналитические сигналы в ФХМА

В ФХМА в качестве аналитического сигнала используется **измеряемое свойство**.

- Температура
- Сила тока
- Напряжение
- Масса продукта реакции
- Количество теплоты
- Оптическая плотность
- Энтальпия
- Интенсивность излучения света
- Интенсивность поглощения света
- Теплопроводность и т.д.



Аналитические характеристики



Аналитические характеристики.

I. **ПРАВИЛЬНОСТЬ** характеризует систематическую погрешность (отклонение \bar{X} от истинного значения)

II. **ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ** характеризует разброс результатов измерений (случайную погрешность).

III. **ТОЧНОСТЬ** характеризует близость результатов к истинным значениям. Точность тем \uparrow , чем \downarrow систематические и случайные погрешности.

IV. **ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ** характеризует возможность определения данным методом или методикой минимального содержания аналита.

V. **СЕЛЕКТИВНОСТЬ** характеризует возможность метода или методики определять аналит в присутствии других сопутствующих компонентов. Высшая степень селективности –

VI. ИЗБИРАТЕЛЬНОСТЬ.

Аналитические характеристики. Случайная и систематическая погрешности



Аналитические характеристики. Сходимость и воспроизводимость

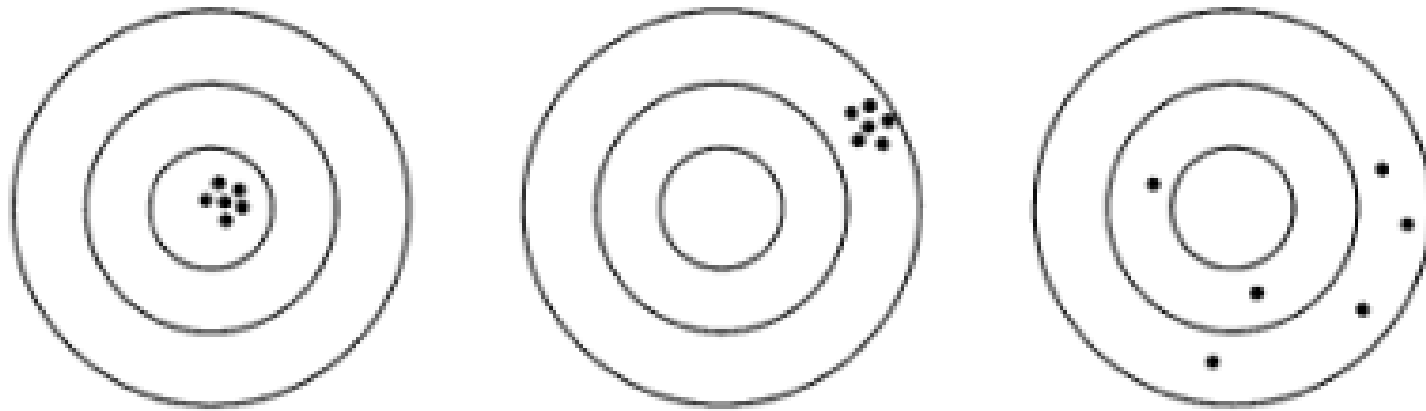
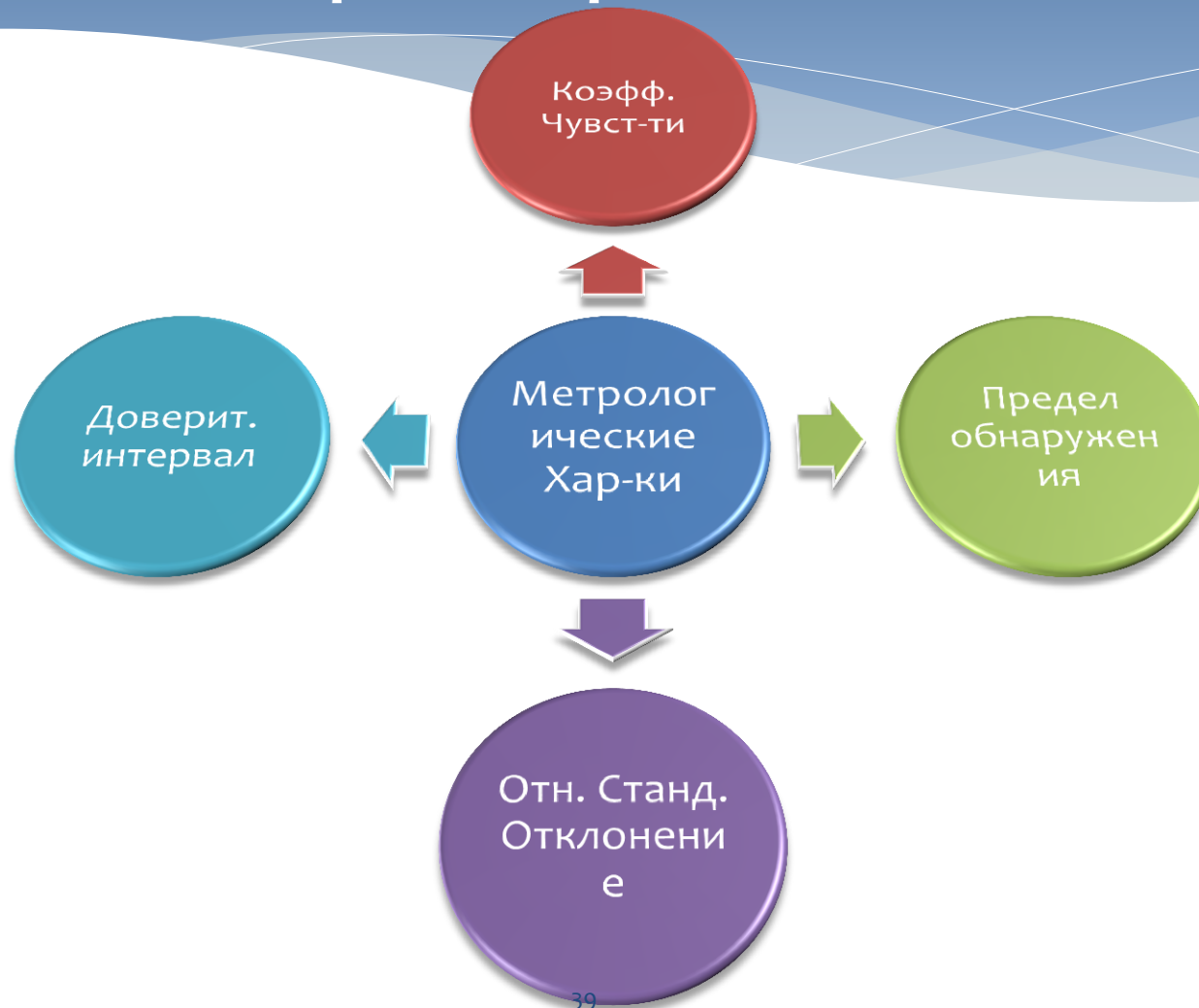


Иллюстрация правильности сходимости и воспроизводимости

43,8% всех статистических данных бесполезны.
Мудрость аналитика

Различные метрологические характеристики



Различные метрологические характеристики

I. КОЭФФИЦИЕНТ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ – наклон градуировочного графика

$$K = \frac{\Delta Y}{\Delta C}$$

II. ПРЕДЕЛ ОБНАРУЖЕНИЯ

АБСОЛЮТНЫЙ
($m_{\text{мин.}}$)

ОТНОСИТЕЛЬНЫЙ
($C_{\text{мин.}}$; $Y_{\text{мин.}} > Y_{\phi}$)

$$C_{\text{мин.}} = 3 \frac{s_{Y_{\phi}}}{K}$$

$$s_{Y_{\phi}} = \sqrt{\sum (Y_{i\phi_{40}} - \bar{Y}_{\phi})^2 / (n - 1)}$$

Различные метрологические характеристики

III. ОТНОСИТЕЛЬНОЕ СТАНДАРТНОЕ ОТКЛОНЕНИЕ

$$s_r = \frac{\sqrt{\sum(X_i - \bar{X})^2 / (n-1)}}{\bar{X}} = \frac{s_X}{\bar{X}}$$

$$s_r = \frac{\sqrt{\sum(Y_i - \bar{Y})^2 / (n-1)}}{\bar{Y}} = \frac{s_Y}{\bar{Y}}$$

IV. ДОВЕРИТЕЛЬНЫЙ ИНТЕРВАЛ

$$X = \bar{X} \pm \Delta X$$

$$\Delta X = \frac{s_X t_{p,f}}{\sqrt{n}} = s_{\bar{X}} t_{p,f}$$

$$\epsilon_X = \frac{|\Delta X|}{\bar{X}} \times 100, \%$$

абсолютная погрешность X

$$|\Delta X|$$

относительная погрешность

ОСОБЕННОСТИ ФХМА

Определение малых
содержаний ($\leq 10^{-5} \%$)

Относительные
методы анализа

Взаимно дополняют
друг друга

ПРЕИМУЩЕСТВА ФХМА

ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ

ЭКСПРЕССНОСТЬ

СЕЛЕКТИВНОСТЬ

НЕРАЗРУШАЮЩИЕ МА



ФХМА