

Аналитическая химия.
Физико-химические методы
анализа

Доцент кафедры аналитической химии
Стойкова Екатерина Евгеньевна

<https://vk.com/rat666999>

Программа курса

- **Лекции + тестирование (50 баллов)**
- **Практикум по физико-химическим методам анализа (50 баллов)**
- **Итоговая контрольная работа -
исправить баллы за тестирование:
(Т+КР)/2**
- **Экзамен**

Основные понятия и термины

- Аналитическая химия – наука об определении химического состава веществ

и отчасти их химического строения

Физико-химические методы



Физические методы



Инструментальные методы



Методы аналитической химии

- Методы пробоотбора
 - Методы разложения проб
 - Методы разделения компонентов
 - Методы обнаружения (идентификации)
 - Методы определения
- Пробоподготовка
- Качественный анализ
- Количественный анализ
-

Проба

- **Проба** – или **образец** – предмет исследования аналитика, это объект, взятый для анализа.
- **По ГОСТу: проба** - часть вещества [материала] объекта аналитического контроля, отобранная для анализа и/или исследования его структуры, и/или определения свойств, отражающая его химический состав и/или структуру, и/или свойства.

Проба

- **Представительная проба** вещества [материала] (объекта аналитического контроля) - проба вещества [материала], которая по химическому составу и/или свойствам, и/или структуре принимается идентичной объекту аналитического контроля, от которого она отобрана.



Классификация проб

- В зависимости от способа получения:

- разовая
- мгновенная
- суточная
- точечная (единичная, частная)



- В зависимости от назначения:

- контрольная,
- рабочая,
- резервная,
- арбитражная и др.



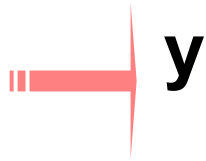
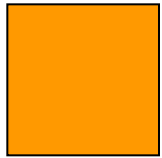
Классификация проб

- В зависимости от стадии первичной обработки:
 - исходная,
 - промежуточная,
 - объединенная,
 - средняя,
 - сокращенная,
 - лабораторная,
 - аналитическая



Основные понятия и термины

$$y = f(x)$$



• **Аналитический сигнал:**

- **Сигнал, содержащий количественную информацию о величине, функционально связанной с содержанием аналита и регистрируемой в ходе анализа вещества или материала**

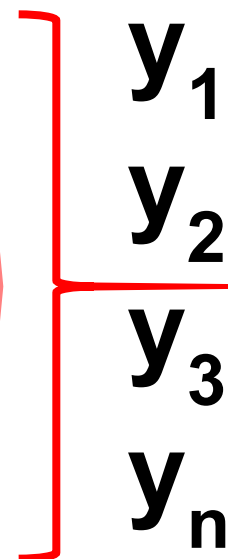
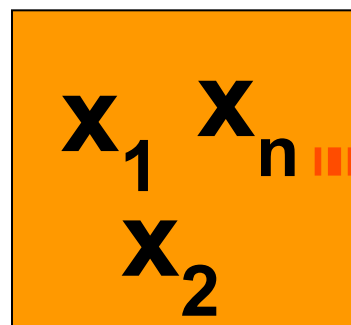
Аналитический сигнал



Основные понятия и термины

- **Измерение** величины

$$y = f(x)$$



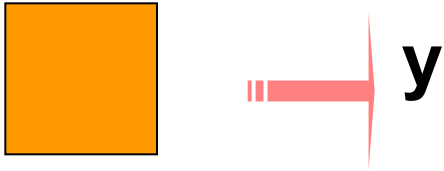
- **Определение** вещества

- **Анализ** объекта

Основные понятия и термины

$$y = f(x)$$

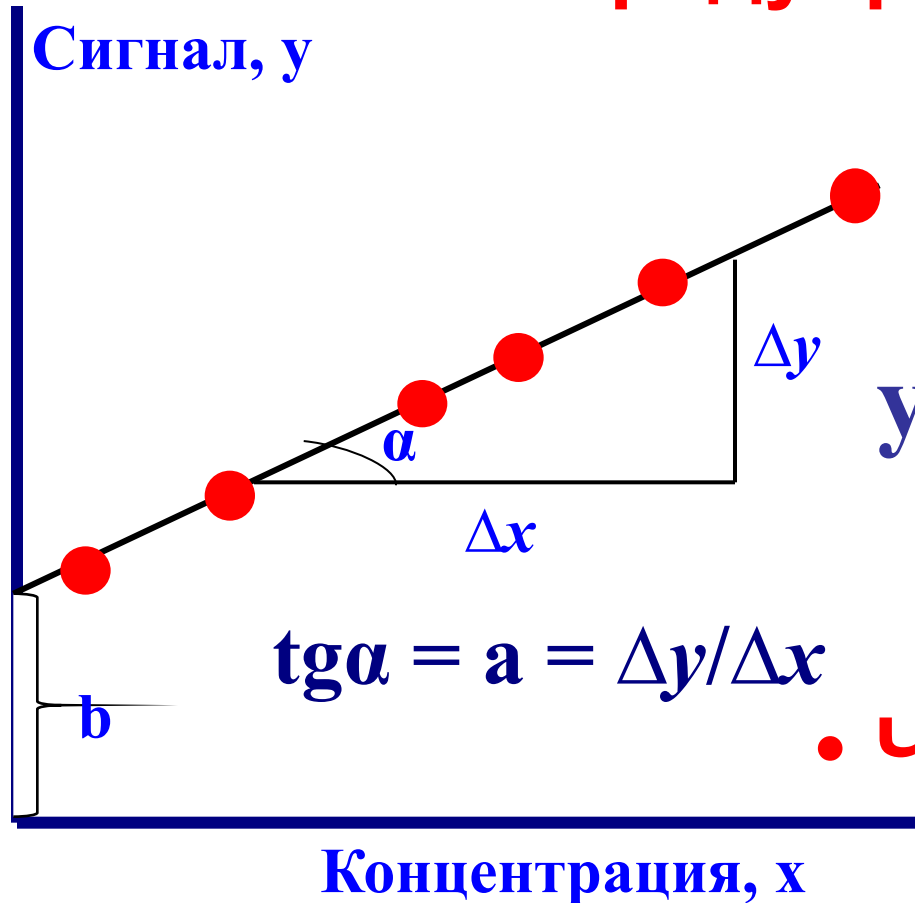
• **Метод и методика анализа**



- **Метод анализа** – достаточно универсальный и теоретически обоснованный способ определения состава безотносительно к определяемому компоненту и (обычно) к анализируемому объекту.
- **Методика анализа** – подробное описание анализа данного объекта с использованием выбранного метода.

Основные понятия и термины

- Градуировочная функция



$$y = f(x)$$

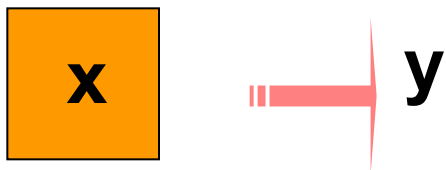
$$y = b + ax$$

- Чувствительность

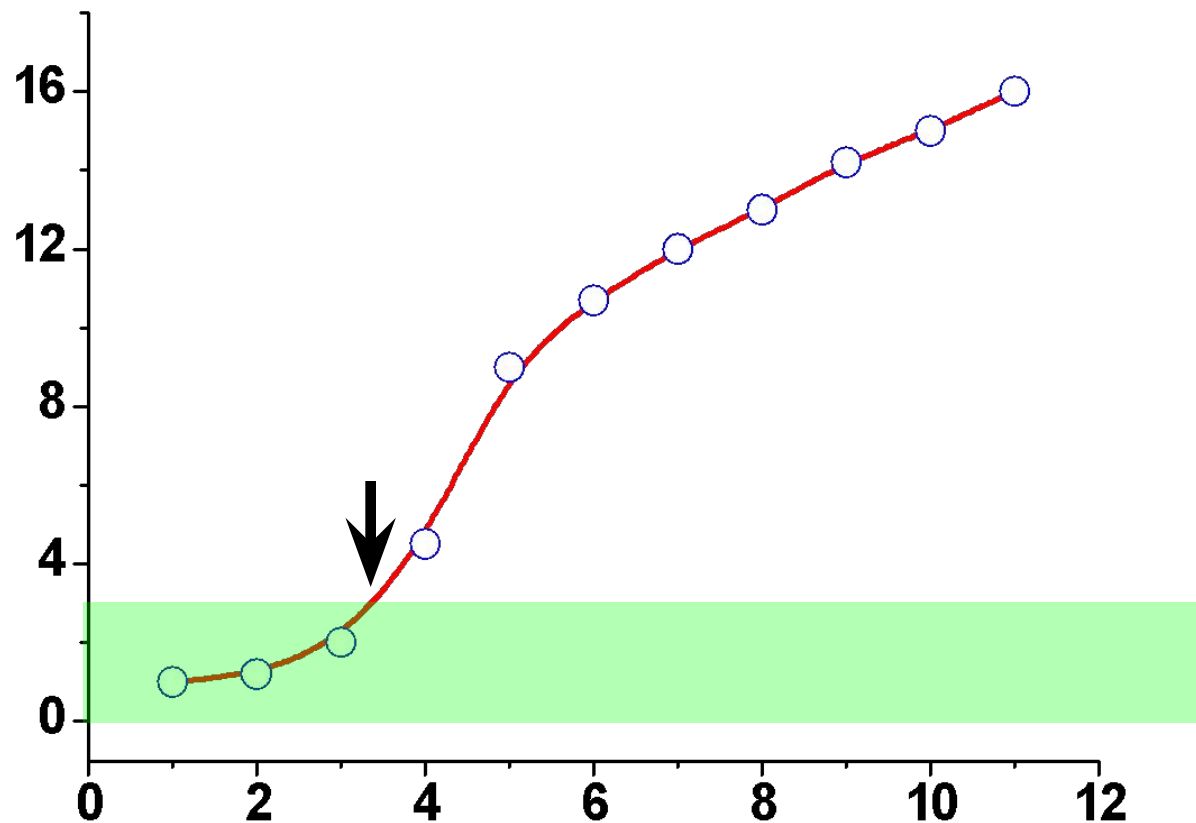
Основные понятия и термины

$$y = f(x)$$

- Предел обнаружения

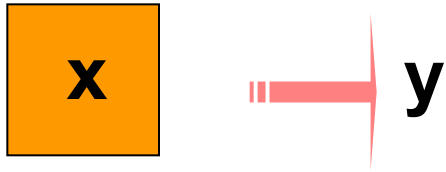


$$C_{\text{lim}} = y_0 + 3\sigma$$



Основные понятия и термины

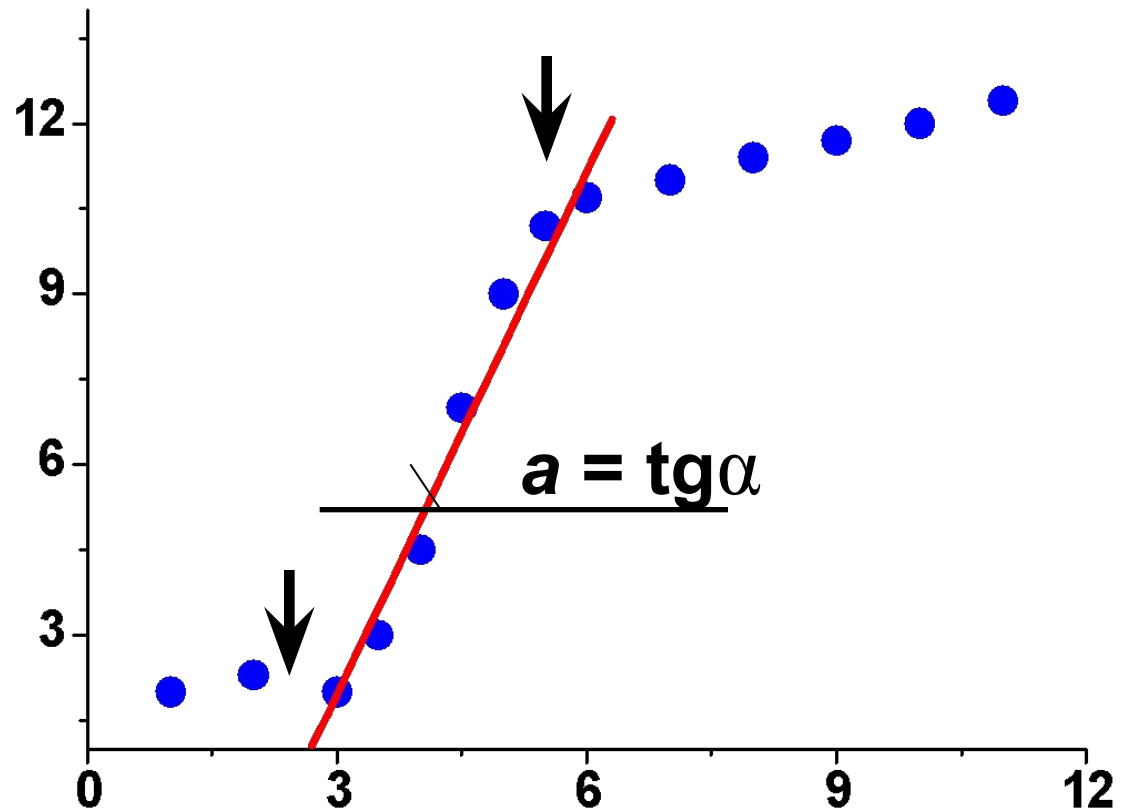
$$y = f(x)$$



$$y = ax + b$$

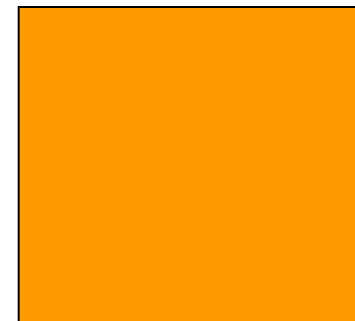
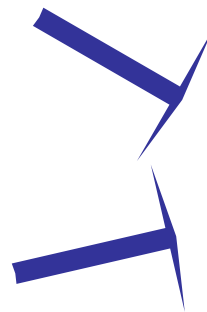
- Область линейности

- Интервал определяемых концентраций



Классификации

- общие классификации



- по способу регистрации

- по способу измерения

- по объекту

Классификации



макро- **>0.1** г

полумикро- **0.1-0.01** г

микро- **0.01 – 0.001** г

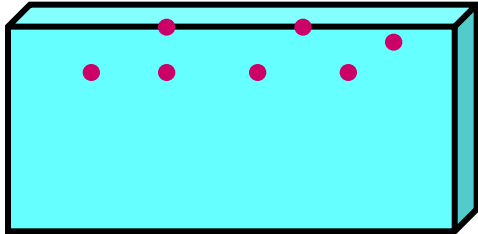
ультрамикро- **10^{-6}** г

субмикро- **10^{-9}** г

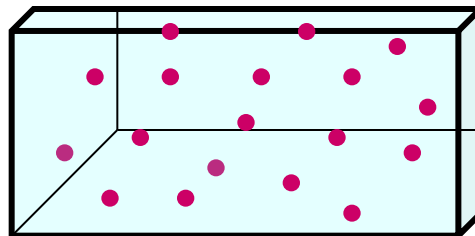
- **Общие:**
- качественный / количественный
- элементный / изотопный / молекулярный / структурно-групповой
- валовый / распределительный (локальный) / вещественный / фазовый
- контактный / дистанционный
- деструктивный / недеструктивный
- макро- / полумикро- / микро- / ультрамикро- / субмикро

Распределительный анализ

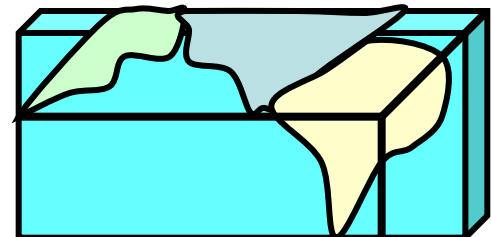
- Анализ распределения элемента по поверхности



- Анализ распределения элемента по слоям – т.е. распределение по глубине и в целом – по объему.



- Распределение отдельных фаз по поверхности и по объему

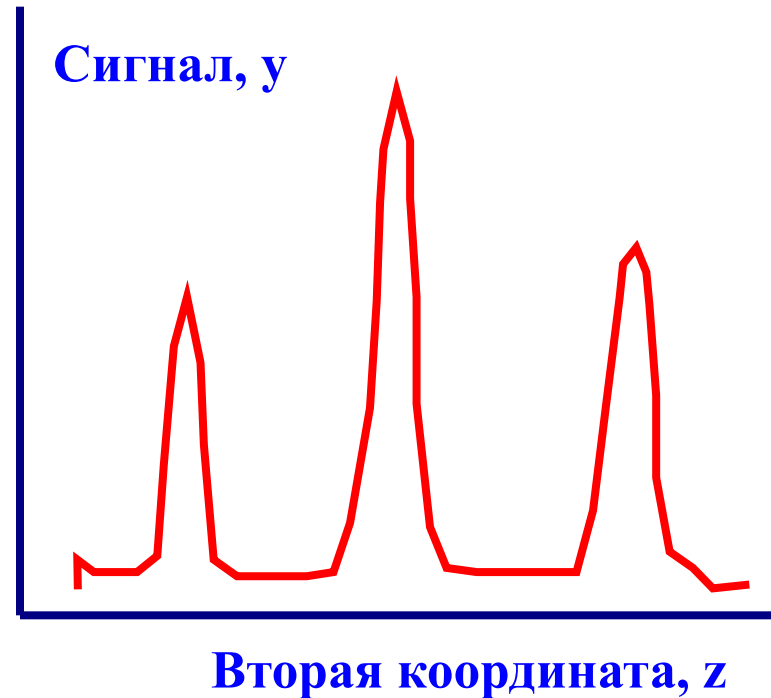


Абсолютные и относительные методы

- **Абсолютные методы** – не требуют градуировки и стандартных образцов (гравиметрия, кулонометрия и т.д.).
- **Относительные методы** – параметры градуировочной функции определяются экспериментально (потенциометрия, вольтамперометрия и т.д.).

Одномерные и двумерные

- Одномерные методы основаны на измерении интенсивности сигнала в единственной измерительной позиции.
- Двумерные – это методы, в которых используют несколько измерительных позиций.
- Положение максимума пика или полосы – качественная характеристика. Высота или площадь пика – количественная характеристика.



Классификации

- По способу регистрации сигнала:

- **Химические** (погрешность $< 0.1-0.2\%$)
- **Физические** (погрешность 2 - 5 %)
- **Биологические**



- **Химические**

- **Гравиметрия**
- **Титриметрия**
- **Электрохимический анализ**
- **Биохимические**

Классификации

- **По способу регистрации сигнала:**

- **Химические** (погрешность < 0.1-0.2%)
- **Физические** (погрешность 2 - 5 %)
- **Биологические**



- **Физические**

- **Спектроскопические**
- **Масс-спектрометрические**
- **Методы, основанные на радиоактивности**
- **Термический анализ**

Классификации

- По способу регистрации сигнала:



- Химические
- Физические
- Биологические

- **Физико-химические**



- спектроскопические
- масс-спектральные
- методы, основанные на радиоактивности
- электрохимические
- биохимические
- термические

Классификации

- **Спектроскопия:**
 - Молекулярная
 - Атомная
 - Ядерная

- **Электрохимические методы:**

- Вольтамперометрия
- Потенциометрия
- Кондуктометрия
- Кулонометрия
- Хронопотенциометрия и хроноамперометрия



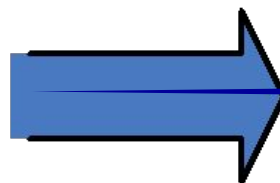
Классификации

Ядерная
спектроскопия



Аналитическая
мессбауэровская
спектроскопия

Атомная
спектроскопия



Атомно-эмиссионная
Атомно-абсорбционная
Атомно-
флуоресцентная
Рентгеновская
ЭПР, ЯМР

Молекулярная
спектроскопия



УФ- видимая
ИК-
Люминесцентная
Комбинационного
рассеяния
Микроволновая

Классификации

- По способу регистрации сигнала:



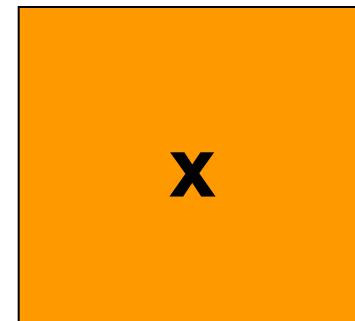
- Химические
- Физические
- Биологические



- Биологические
- Биотестирование
- Биоиндикация
- Микробиологический анализ
- Биосенсоры

Классификации

- По объекту анализа



Классификация

- **По объекту анализа:**
 - по агрегатному состоянию;
 - по химической природе;
 - по происхождению объекта;
 - по степени распространенности и важности;
 - по степени чистоты.