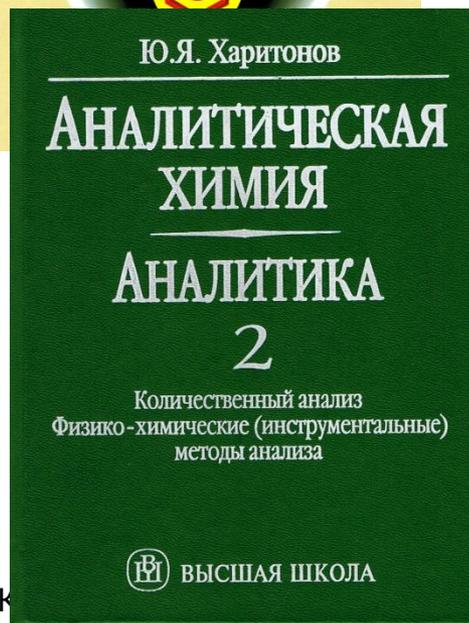
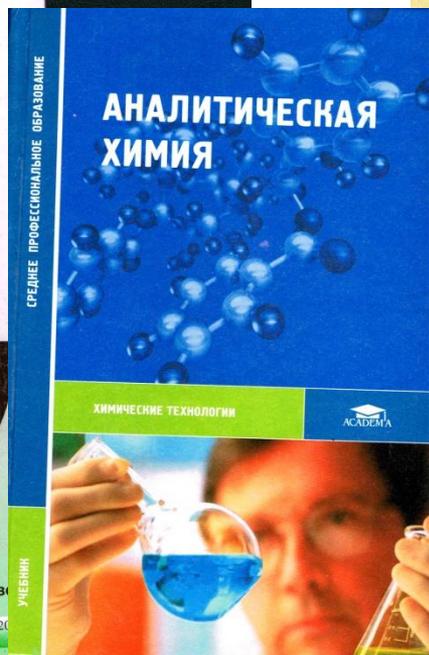
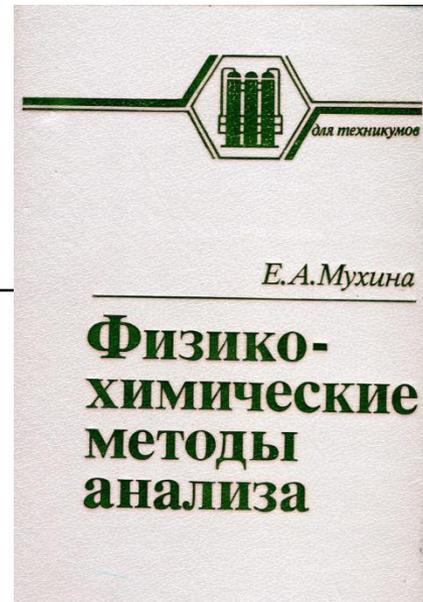
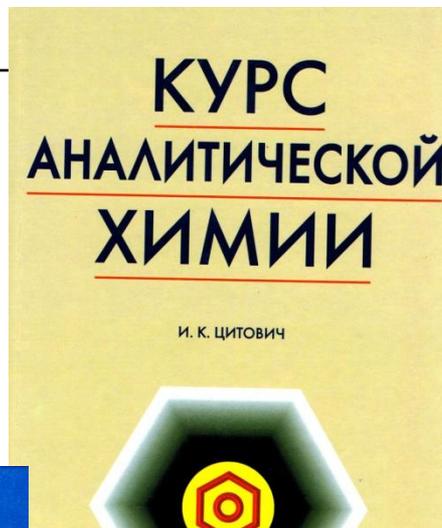




ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА.

Лекция 6.

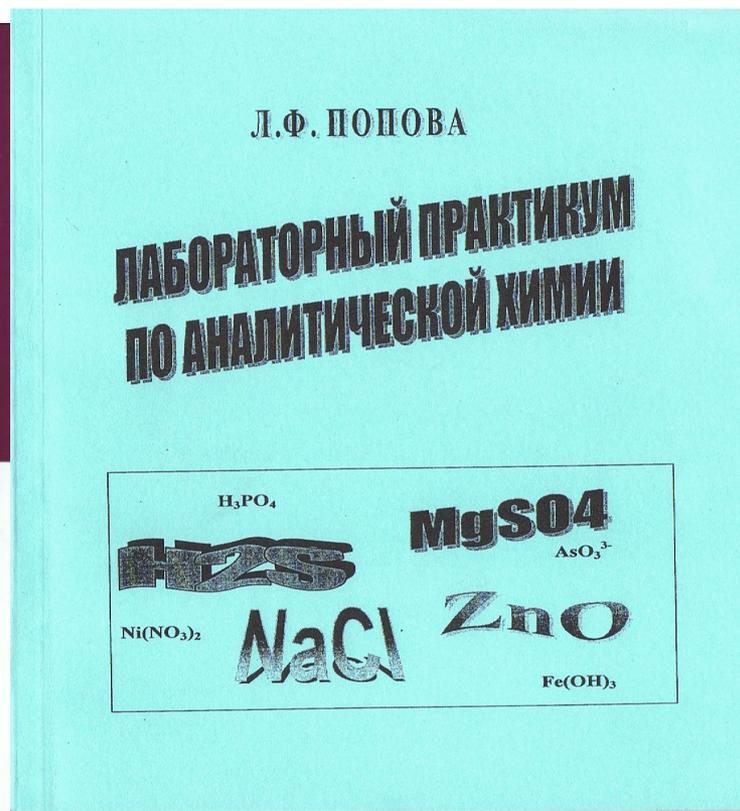
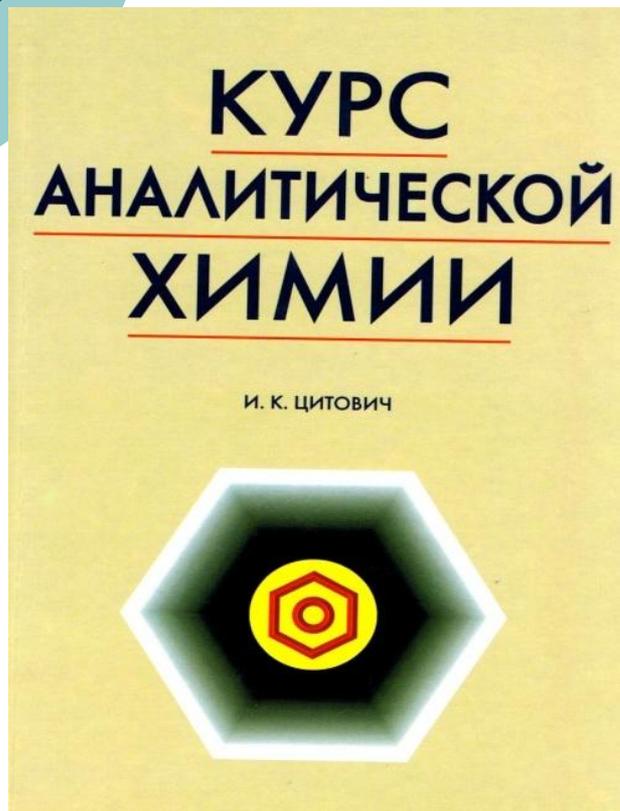
ЛИТЕРАТУРА



**ПОПОВА Л.Ф.
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ
(издание третье):**

<http://rucont.ru/efd/208392>

НЕОБХОДИМЫЕ ДЛЯ РАБОТЫ



ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

При выборе метода анализа руководствуются следующими критериями:

- ***Чувствительность.***
- ***Избирательность.***
- ***Точность.***
- ***Экспрессность.***
- ***Стоимость.***
- ***Автоматизация и компьютеризация.***
- ***Другие критерии.***

Аналитический сигнал и способы его измерения

Аналитический сигнал – это любое проявление химических или физических свойств вещества, которое можно использовать для установления качественного состава анализируемого объекта или для количественной оценки содержащихся в нем компонентов.

Полезным сигналом будет аналитический сигнал, равный разности измеренного аналитического сигнала и аналитического сигнала фона. Он определяется по формуле: $I_{пол.} = I_{изм.} - I_{фона}$.

Свойства веществ

Интенсивные

(не зависят от
количества
вещества)

Не суммируются.
Основа
качественного
анализа

Экстенсивные

(зависят от количества
вещества)

Могут
суммироваться.
Основа
количественного
анализа

- Для обнаружения **наличия компонента** фиксируют появление **аналитического сигнала**.
-

Появление аналитического сигнала должно быть надежно зафиксировано.

- При определении **количества компонента** измеряется **интенсивность (величина) этого сигнала**. Затем идет расчет **содержания компонента с использованием функциональной зависимости: $I = f(C)$.**

При измерении аналитического сигнала учитывают наличие **полезного аналитического сигнала**, являющегося функцией содержания определяемого компонента, и **аналитического сигнала фона**, обусловленного примесями определяемого компонента и мешающими компонентами в растворах, растворителях и матрице образца, а также «шумами», возникающими в измерительных приборах. **Аналитический сигнал фона учитывают при проведении контрольного (холостого) опыта**, когда через все стадии химического анализа проводится проба, не содержащая определяемого компонента.

```
graph TD; A[Методические приемы (способы)] --- B[Способы прямых измерений]; A --- C[Способы косвенных измерений];
```

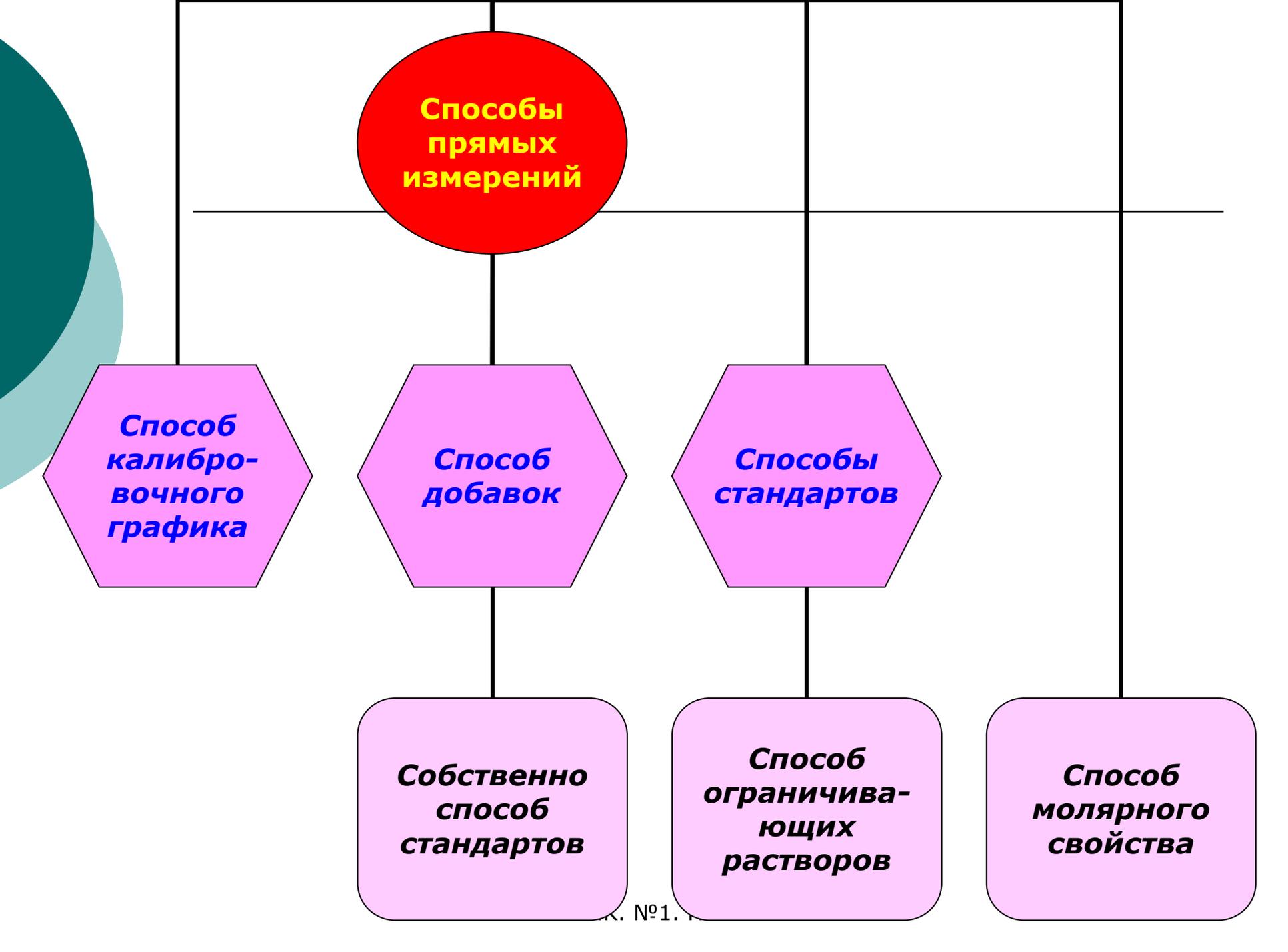
**Методическ
ие
приемы
(способы)**

***Способы
прямых
измерений***

***Способы
косвенных
измерений***

Методические приемы (способы) инструментальных методов

- Все методические приемы (способы), используемые в инструментальных методах анализа, можно разделить на две большие группы: ***способы прямых измерений; способы косвенных измерений.***
- ***Методические приемы (способы) прямых измерений*** основаны на использовании аналитического сигнала для определения концентрации анализируемого компонента. Они основаны на использовании прямой зависимости аналитического сигнала от природы анализируемого вещества и его концентрации.
- ***Методические приемы (способы) косвенных измерений*** или ***способы титрования*** основаны на использовании аналитического сигнала для определения КТТ и объема реагента, потраченного на реакцию с определяемым компонентом.



```
graph TD; A((Способы прямых измерений)) --- B{{Способ калибровочного графика}}; A --- C{{Способ добавок}}; A --- D{{Способы стандартов}}; C --- E(Собственно способ стандартов); D --- F(Способ ограничивающих растворов); D --- G(Способ молярного свойства);
```

**Способы
прямых
измерений**

**Способ
калибровочного
графика**

**Способ
добавок**

**Способы
стандартов**

**Собственно
способ
стандартов**

**Способ
ограничивающих
растворов**

**Способ
молярного
свойства**

Способ градуировочного (калибровочного) графика

В этом способе **измеряется интенсивность аналитического сигнала у нескольких стандартных образцов и строится график в координатах аналитический сигнал – содержание компонента**. Затем, измерив величину аналитического сигнала анализируемой пробы, находят неизвестное содержание определяемого компонента по градуировочному графику:

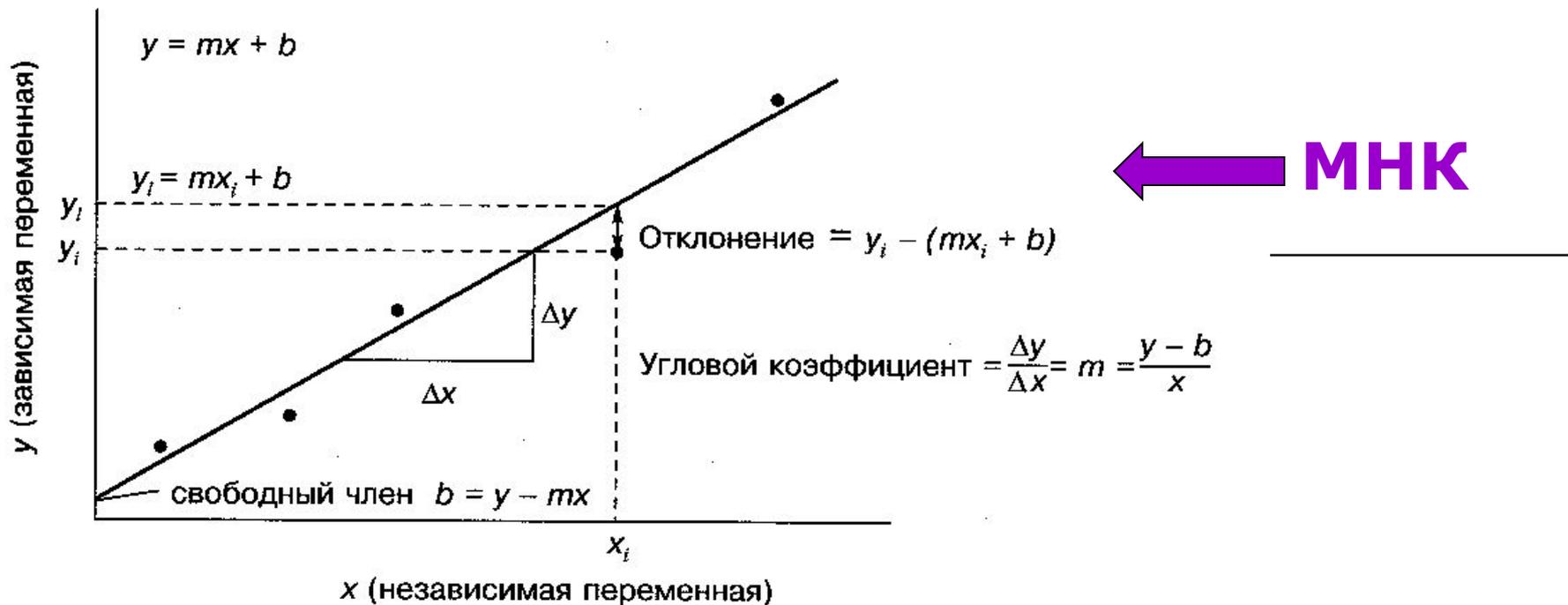
$I = f(C)$. При построении градуировочного графика по образцам сравнения может иметь место значительный разброс результатов измерения, особенно при работе с малыми концентрациями определяемых компонентов. **Поэтому перед построением графика экспериментальные данные следует обработать статистически по методу наименьших квадратов (МНК).**

Метод наименьших квадратов (МНК)

В химическом анализе чаще всего используют прямолинейные градуировочные графики. Уравнение прямой имеет вид: $I = a + bC$.

Величина a – это значение сигнала (I) холостой пробы при $C = 0$. Если $a \neq 0$, то это указывает на наличие систематической погрешности. **Величина b** – это *коэффициент чувствительности метода*. Если $b > 1$, то это указывает на наличие случайной погрешности.

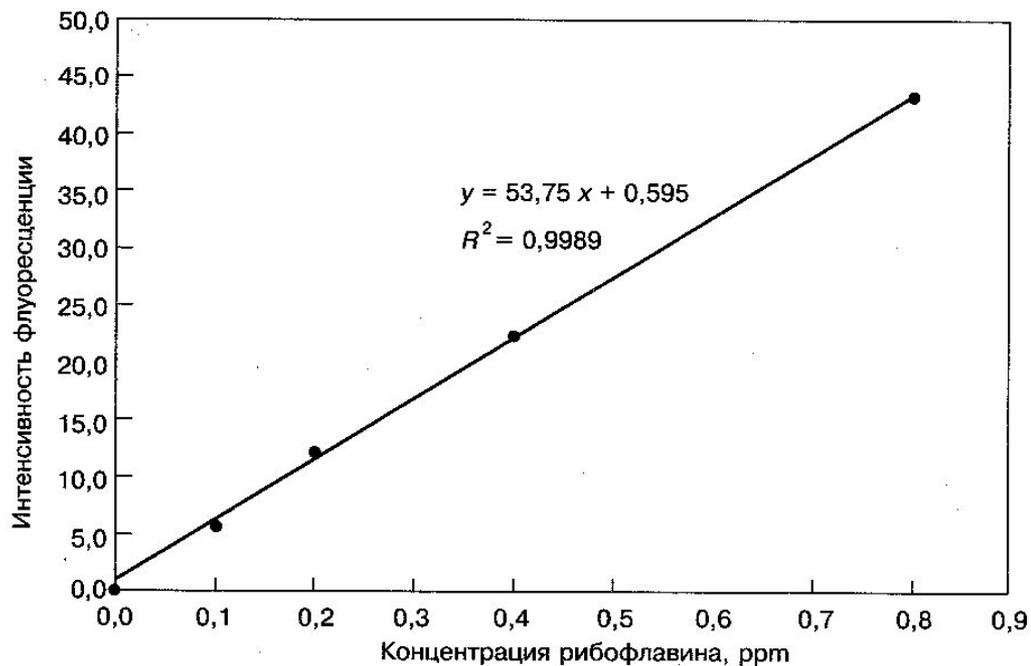
Величина r – коэффициент корреляции, указывающий на *точность метода*.



**Способ
градуировочного
(калибровочного)
графика**



ФХМА. Б)



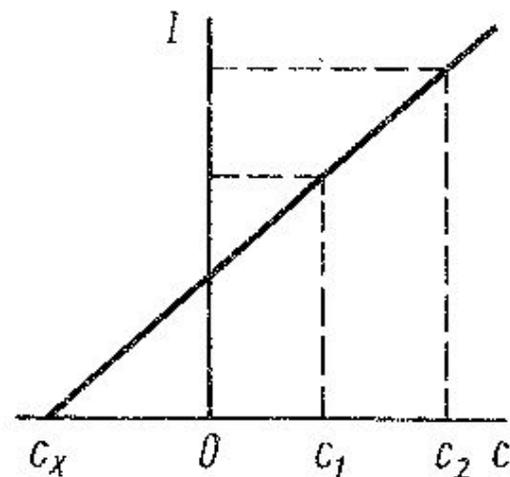
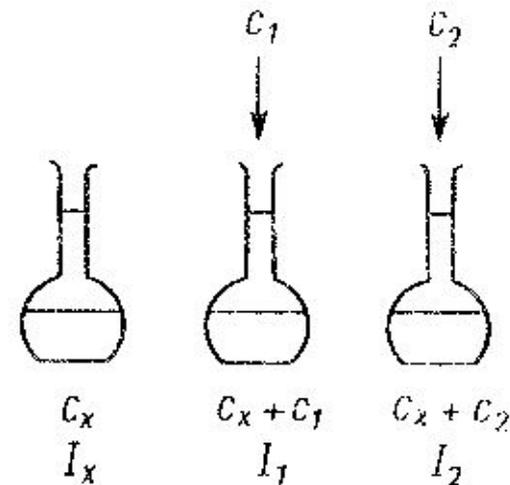
Способ добавок

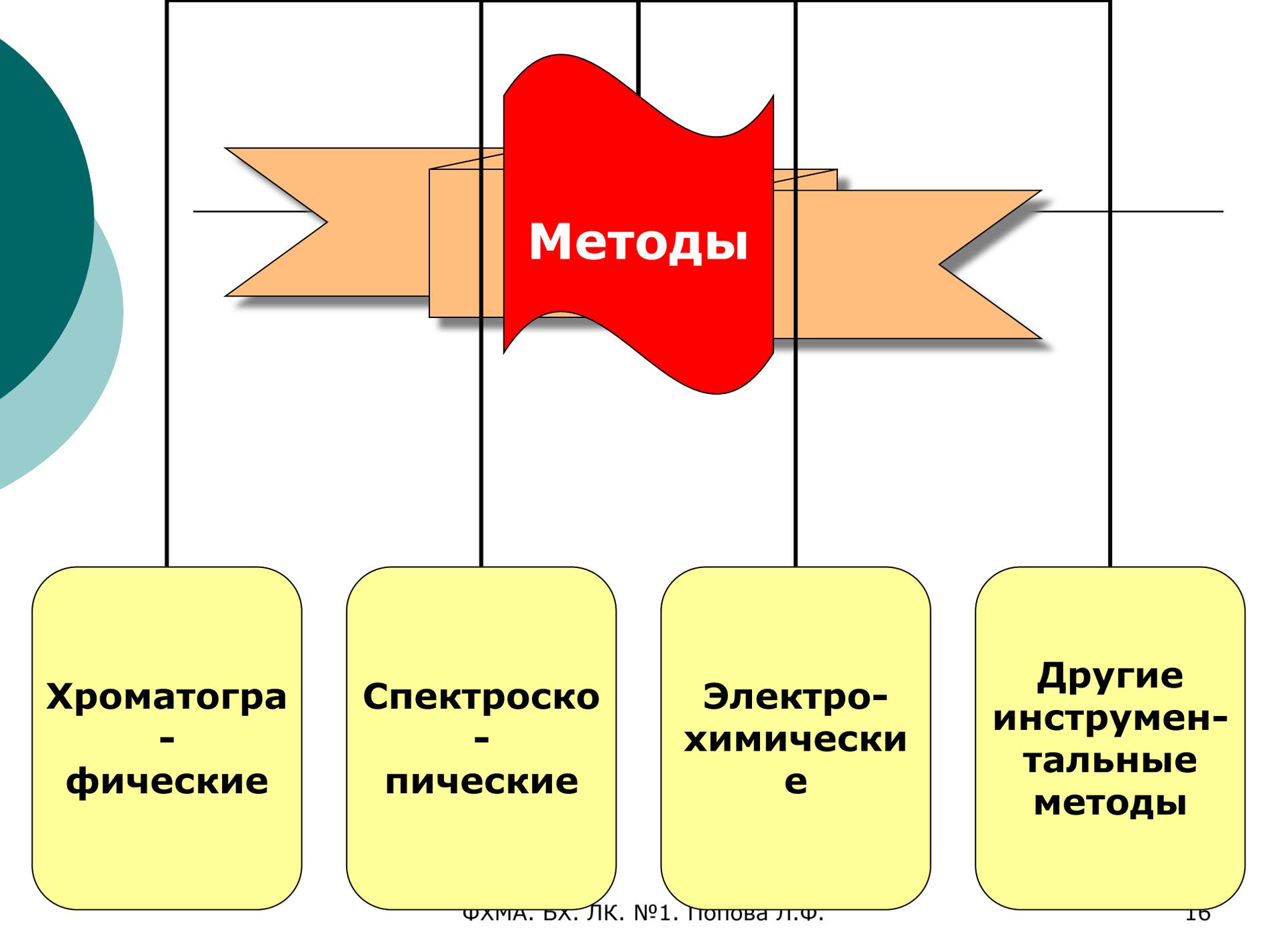
Измеряется интенсивность аналитического сигнала анализируемой пробы.

В пробу вводится известный объем стандартного раствора до концентрации $C_{ст.}$ и снова измеряется аналитический сигнал.

- По полученным данным определяют содержание анализируемого компонента в пробе расчетным или графическим методами.
- В расчетном методе можно использовать формулы:

$$C_x = C_{ст.} \cdot [I_x / (I_{x+ст.} - I_x)]$$





Классификация инструментальных методов

- ***Хроматографические:***
 - Газовая хроматография;
 - Жидкостная колоночная хроматография;
 - Жидкостная плоскостная хроматография.
- ***Спектроскопические:***
 - Атомная спектроскопия;
 - Молекулярная спектроскопия.
- ***Электрохимические*** (потенциометрия, кондуктометрия, кулонометрия, поляризационные методы).
- ***Другие*** инструментальные методы