

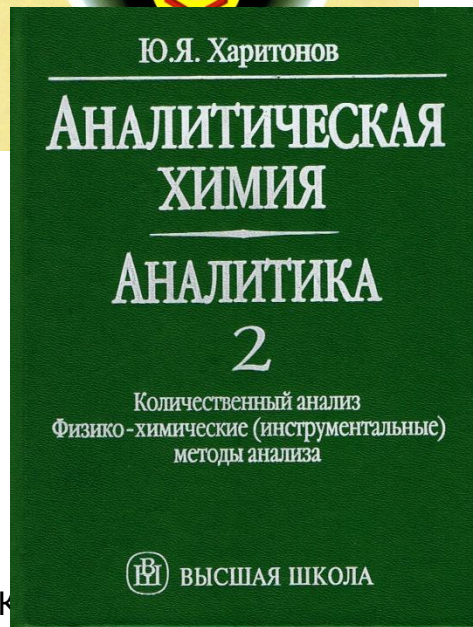
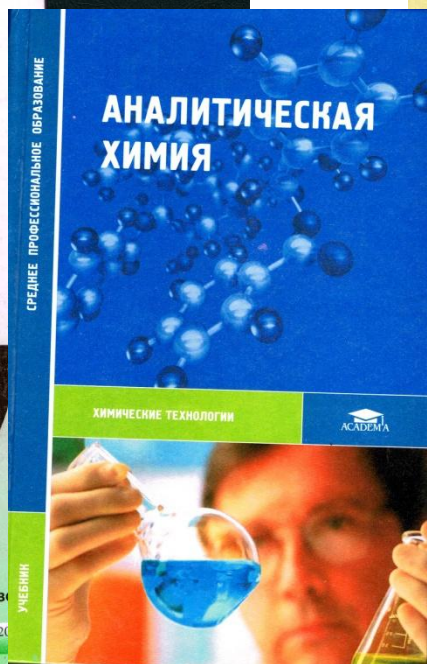
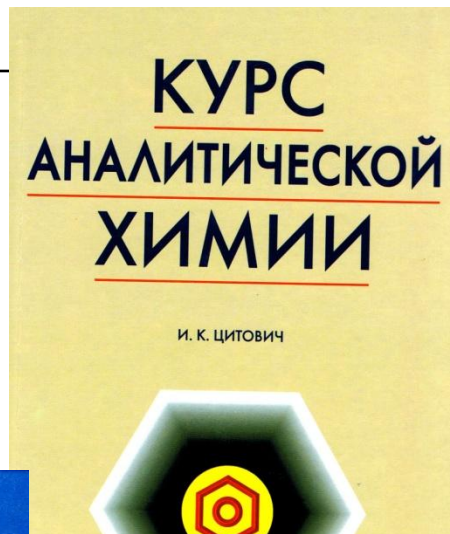
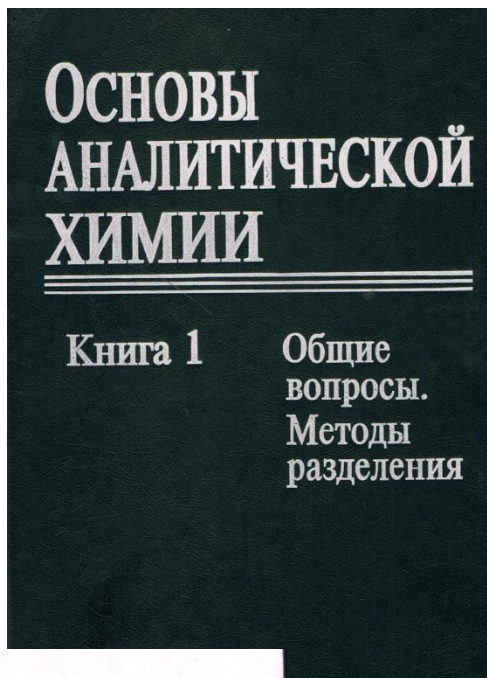


# ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА.

---

## *Лекция 6.*

# ЛИТЕРАТУРА

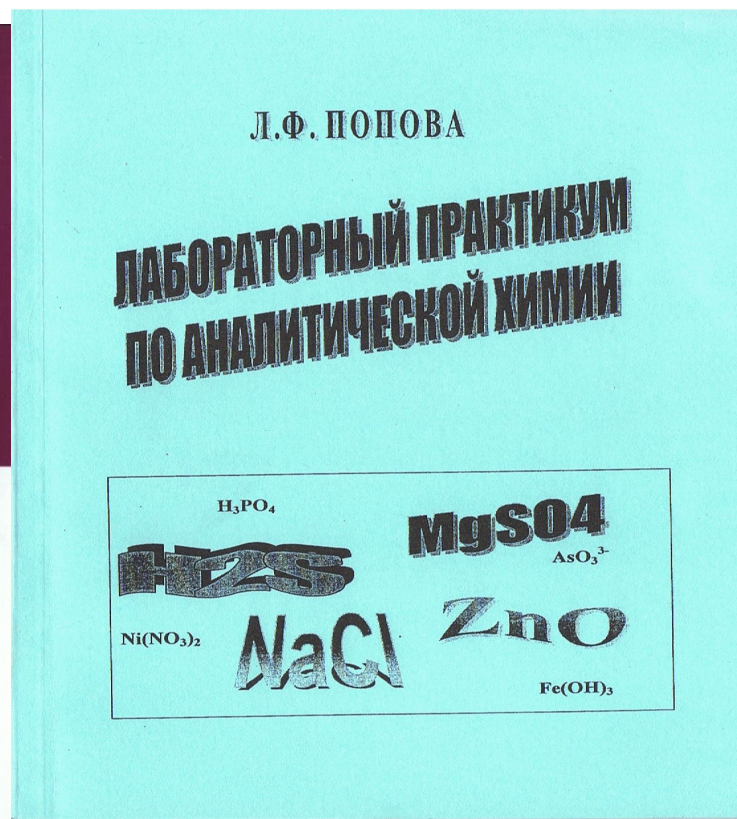
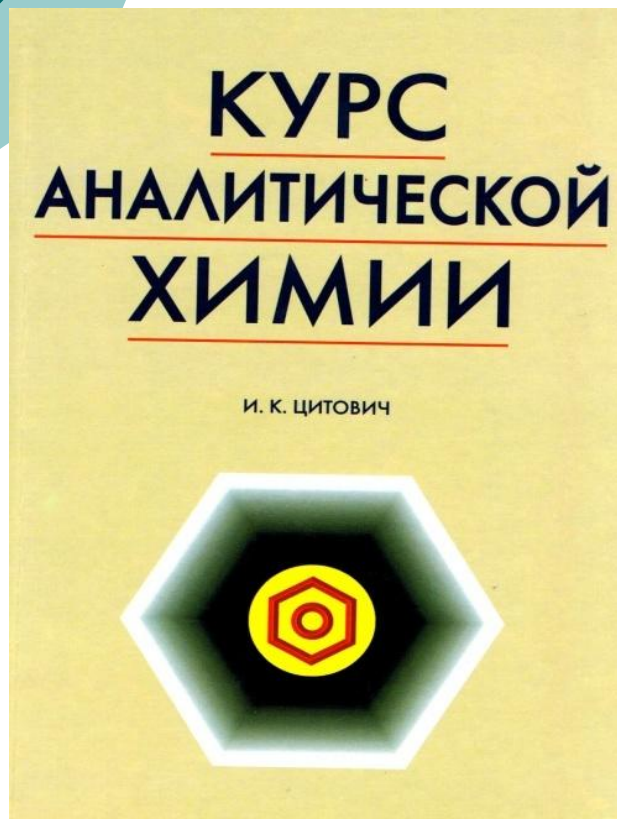




**ПОПОВА Л.Ф.  
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ  
(издание третье):**

<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.

**Способы  
прямых  
измерений**

**Способ  
калибро-  
вочного  
графика**

**Способ  
добавок**

**Способы  
стандартов**

**Собственно  
способ  
стандартов**

**Способ  
ограничива-  
ющих  
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)

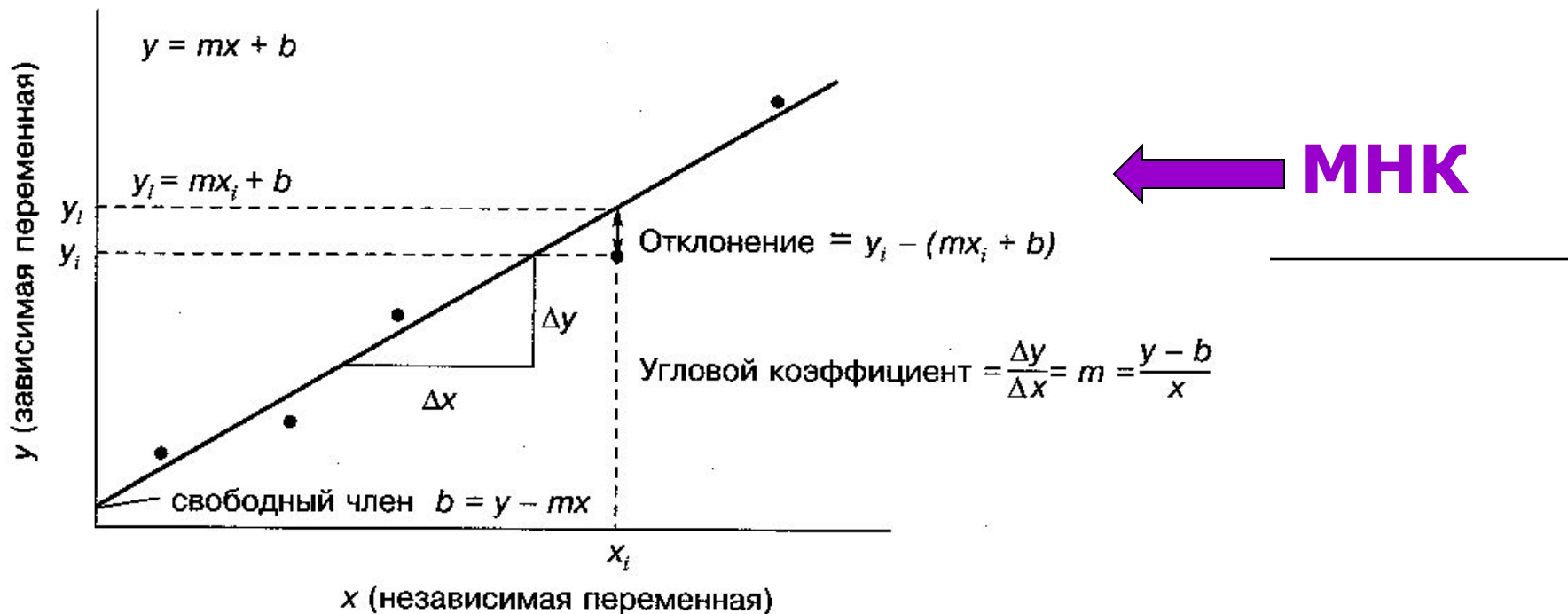
---

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*.

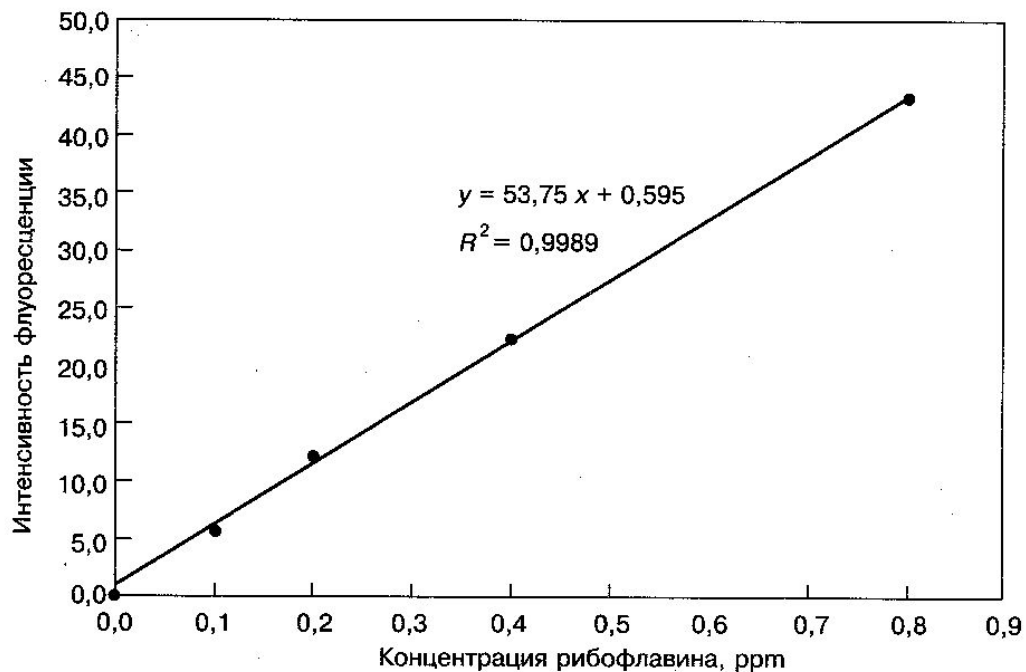




**Способ  
 градуировочного  
 (калибровочного)  
 графика**



ФХМА. Б)



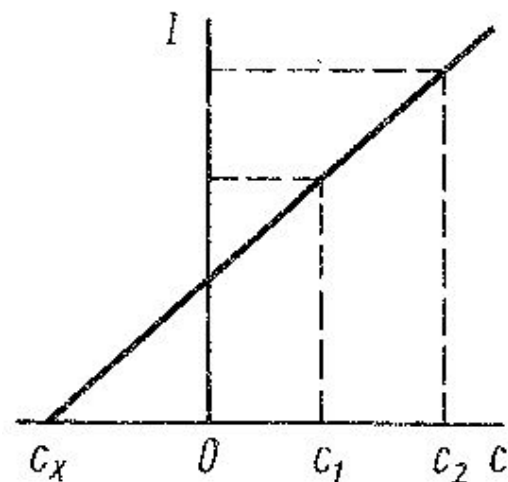
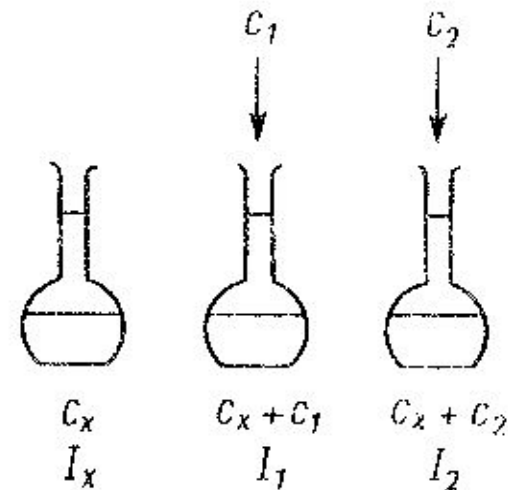
## Способ добавок

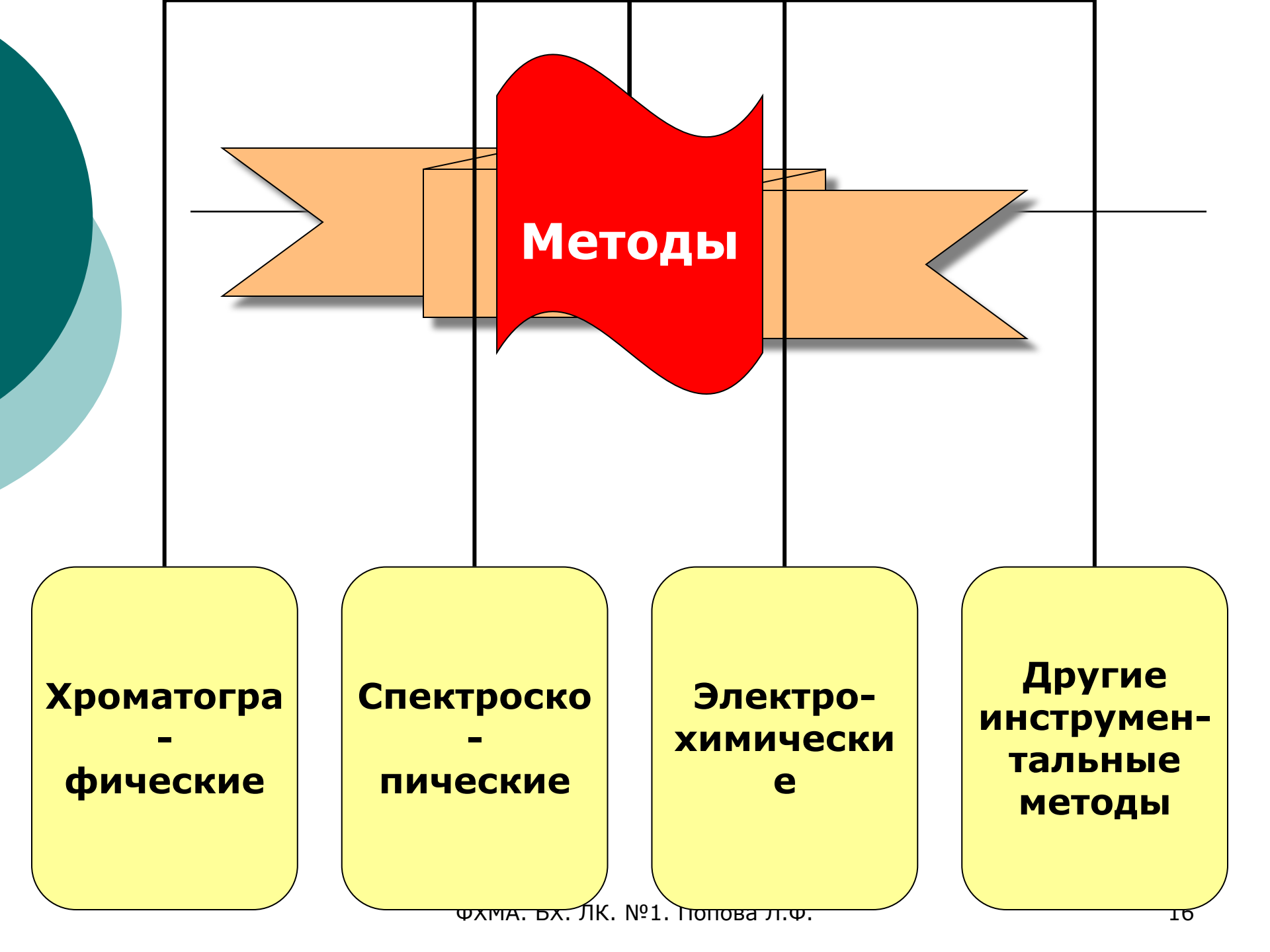
Измеряется интенсивность аналитического сигнала анализируемой пробы.

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