

ЛЕКЦИЯ 1

Введение в аналитическую химию

**Лектор – доцент каф. АХСМК
Мовчан Наталья Ивановна**

Компетенции бакалавров химико-технологического профиля, формируемые в процессе изучения дисциплины «Аналитическая химия и ФХМА»

В соответствии с видами профессиональной деятельности химики-технологи **должны владеть:**

- - основами вспомогательной профессиональной научной деятельности (подготовка объектов исследований, выбор технических средств и методов испытаний, проведение экспериментальных исследований по заданной методике, обработка результатов эксперимента, подготовка отчета о выполненной работе);
- - аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций;
- - методологией работы на серийной аппаратуре, применяемой в аналитических и физико-химических исследованиях, а также методами регистрации и обработки результатов химических экспериментов;
- - метрологическими основами анализа.

Кроме того, химики-технологи должны:

- - понимать роль химического анализа, и место аналитической химии в системе наук;
- - знать существо реакций и процессов, используемых в аналитической химии, принципы и области использования основных методов химического анализа (химических, физических);
- - иметь представление об особенностях объектов анализа;
- - владеть методологией выбора методов анализа, иметь навыки их применения;
- - понимать взаимодействие химического производства и окружающей среды;
- - опираясь на данные контроля, анализировать ситуацию, прогнозировать ее развитие и предупреждать возникновение опасных ситуаций.

Рекомендуемая литература:

- Золотов Ю.А. Основы аналитической химии. В 2 кн. / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. М.: Высшая школа, 2004.
- Мовчан Н.И. Основы аналитической химии. Химические методы анализа: Учебное пособие / Н.И. Мовчан, Р.Г. Романова, Т.С. Горбунова, И.И. Евгеньева. М-во образования и науки России. Казанский нац. исслед. технол. ун-т. Казань: КНИТУ, 2012.
- Мовчан Н.И. Аналитическая химия. Физико-химические и физические методы анализа: Учебное пособие / Н.И. Мовчан, Т.С. Горбунова, И.И. Евгеньева, Р.Г. Романова. М-во образования и науки России. Казанский нац. исслед. технол. ун-т. Казань: КНИТУ, 2013.
- Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. / В.П. Васильев. М.: Высшая школа, 1989.
- Мовчан Н.И. Аналитическая химия: учебник / Н.И. Мовчан, Р.Г. Романова, Т.С. Горбунова, И.И. Евгеньева, С.Ю. Гармонов, В.Ф. Сопин. М.: ИНФРА-М, 2016.-394 с.--

www.dx.doi.org/10.12737/12562

1.1 Роль и значение аналитической химии

Анализ (от греч. *analysis* – разложение) состоит в расчленении объекта на элементы.

Химический анализ – процесс установления природы и количества составных частей, – химических компонентов, – в объекте (веществе, материале).

Согласно определению **Международного союза по чистой и прикладной химии (IUPAC)**, аналитическая **химия** – наука, развивающая общую методологию, методы и средства получения информации о химическом составе вещества и разрабатывающая способы анализа различных объектов (в пространстве и времени).



Задачей аналитической химии является создание новых методов и совершенствование имеющихся методов анализа по пути повышения точности определения; увеличения чувствительности

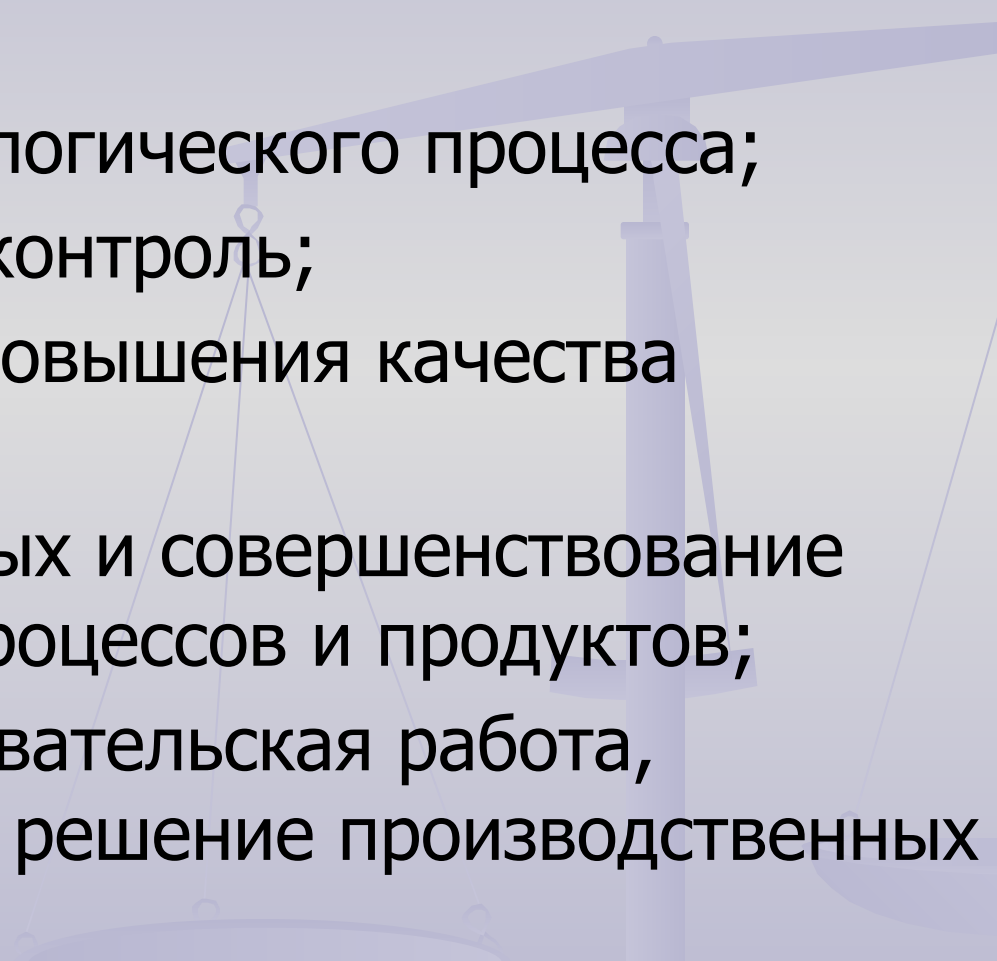
1.2 Аналитическая служба предприятия и ее функции

Аналитическая служба - это сложная система, действующая с целью получения данных о химическом составе (реже – химическом строении) веществ, которые необходимы для материального производства, для решения задач, возникающих при: - **изучении состава** веществ,

- **оценивании соответствия** этого состава требованиям и

- **управлении составом.**

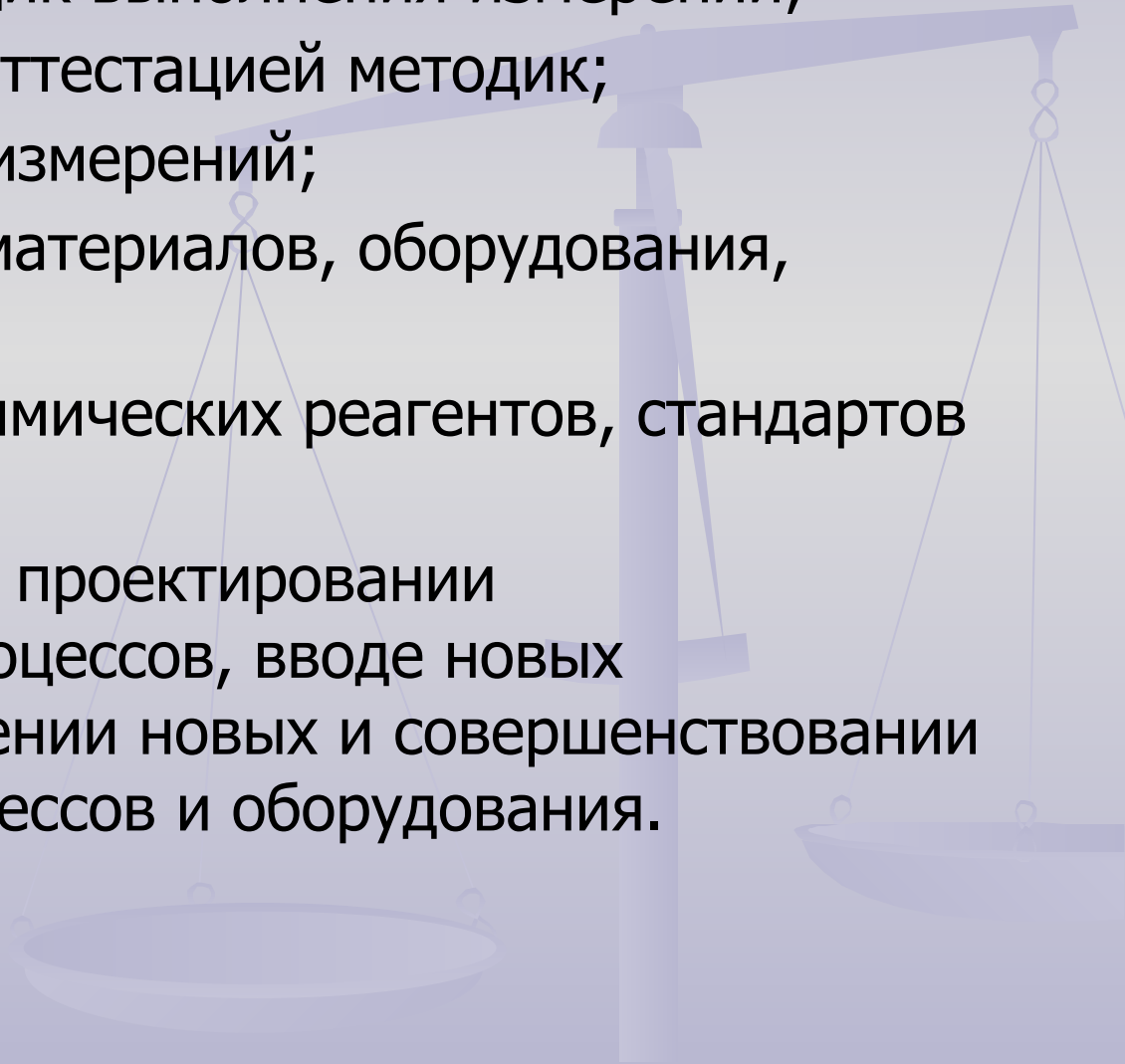
Функции, выполняемые аналитической службой предприятия:

- - контроль качества сырья и готовой продукции;
 - - контроль технологического процесса;
 - - экологический контроль;
 - - поиск средств повышения качества продукции;
 - - разработка новых и совершенствование существующих процессов и продуктов;
 - - научно-исследовательская работа, направленная на решение производственных проблем.
- 

Кроме того, аналитическая служба занимается:

- - проведением внешнего и внутреннего лабораторного аудита;
- - разработкой методик выполнения измерений;
- - метрологической аттестацией методик;
- - поверкой средств измерений;
- - заказом и учетом материалов, оборудования, реактивов;
- - приготовлением химических реагентов, стандартов и др.

Она также участвует в проектировании технологических процессов, вводе новых производств, внедрении новых и совершенствовании существующих процессов и оборудования.



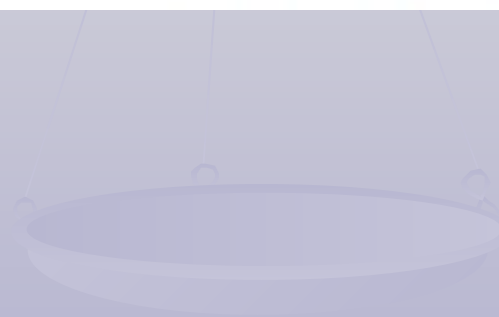
1.3 Аналитический процесс и его стадии

Аналитический процесс – процесс получения и переработки информации о химическом составе вещества.

Принцип анализа – явление, свойство или закономерность, положенное в основу метода анализа веществ.

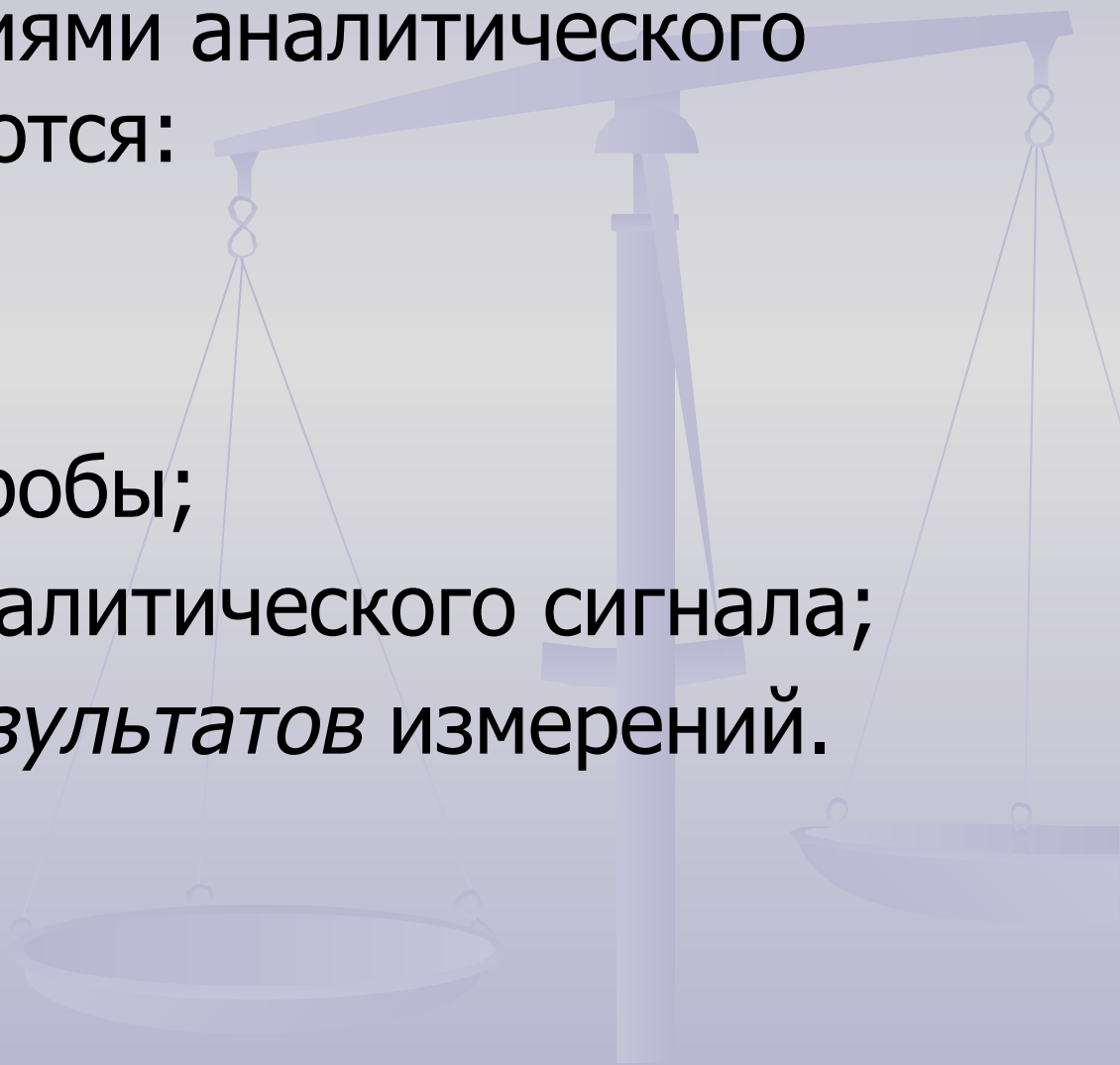
Метод анализа – универсальный и теоретически обоснованный способ получения информации о химическом составе вещества на основе принципа или принципов анализа.

Методика анализа – подробное описание правил и операций определения состава конкретного объекта с использованием выбранных методов (т.е. методика включает всю сумму *тактических* шагов).



Основными стадиями аналитического процесса являются:

- 1) - *отбор пробы*;
- 2) - *подготовка* пробы;
- 3) - *измерение* аналитического сигнала;
- 4) - *обработка результатов* измерений.



1 стадия - Пробоотбор – процедура, заключающаяся в отборе части вещества или материала с целью формирования пробы.

Проба – небольшая часть анализируемого объекта, средний состав и свойства которой должны быть идентичны во всех отношениях среднему составу и свойствам анализируемого объекта.

В зависимости от способа получения различают следующие **виды проб**:

- - **точечная** проба – количество вещества/материала, которое отбирается от объекта за одну операцию пробоотбора; это проба, которая отбирается непосредственно из объекта;
- - **генеральная (объединенная)** проба – проба, получаемая объединением точечных проб, отобранных от одного материала (партии). Она может быть достаточно большой: от 1 до 50 кг, иногда даже до 5 т;
- - **лабораторная** проба – сокращенная генеральная проба, масса которой, обычно, составляет от 25 г до 1 кг;
- - **аналитическая проба** (проба для анализа) – сокращенная лабораторная проба, которую полностью и одновременно используют для проведения анализа.

Проба должна удовлетворять ряду требований:

- 1) она должна быть **представительной** по отношению к объекту анализа, т.е. содержание определяемого компонента в анализируемой пробе должно отражать среднее содержание этого компонента во всем объекте;
- 2) проба должна быть **устойчивой**, т.е. во время транспортировки и хранения в ней не должно протекать каких-либо химических реакций;
- 3) проба не должна содержать **никаких загрязнений** – ни из устройства пробоотбора, ни из материала контейнера, ни из консервирующего реагента;
- 4) проба должна быть **представлена в количестве, достаточном для анализа**. Количество пробы, отбираемой для анализа, определяется погрешностями пробоотбора и требуемой точностью результатов. Чем выше погрешность пробоотбора и чем выше требования к точности, тем больше должна быть проба.

2 стадия - Пробоподготовка – совокупность процедур, проводимых с целью подготовки пробы к анализу.

Процедура пробоподготовки обычно состоит из двух частей: предварительной и окончательной стадий.

1. Предварительная стадия, цель которой – получение пробы определенной массы и однородности. Эта стадия включает, обычно, следующие основные операции:
 - - высушивание: образец высушивают на воздухе или в сушильном шкафу при 105–120 °С в течение 1–2 ч; при сушке сложных объектов (растения, пищевые продукты и т.п.) используют вакуумную сушку или микроволновое излучение, что сокращает время операции до нескольких минут;
 - - измельчение, смешивание и т.п. Любая проба нуждается в дополнительной гомогенизации перед ее усреднением и сокращением, в противном случае ее представительность не может быть гарантирована.

2. Окончательная стадия, цель которой – переводение пробы в удобную для проведения измерений форму, т.е. такое физическое состояние, которое необходимо для выбранной методики.

Основные операции – растворение, вскрытие (разложение) пробы, разбавление, минерализация и др.

Растворение пробы в различных растворителях (воде, кислотах, их смесях, щелочах и органических растворителях) относят к так называемым «мокрым» способам пробоподготовки.

К альтернативному «сухому» способу прибегают, когда «мокрый» способ невозможен.

«Сухой» способ, как правило, включает:

- - термическое разложение,
- - сплавление и спекание с различными веществами.

3 стадия – Измерение аналитического сигнала

Под **аналитическим сигналом (АС)** понимают сигнал, функционально связанный с химическим составом анализируемого вещества, и измеряемый в ходе выполнения методики анализа.

Измерение – совокупность операций, выполняемых для определения количественного значения величины.

Результатом измерительного процесса в ходе анализа является **значение аналитического сигнала (Y)**. Поэтому измерение можно рассматривать как получение информации о величине (значении) аналитического сигнала.

4 стадия - обработка аналитического сигнала

Получение значения определяемой величины.

Для извлечения аналитической информации необходимо установить функциональное соответствие между измеряемым сигналом и определяемой величиной (концентрацией или количеством компонента в пробе).

Связь между измеряемым сигналом (Y) и определяемой величиной (X) (концентрация или логарифм концентрации определяемого компонента и др.) обычно носит линейный характер и может быть представлена уравнением:

$$Y = K \cdot X,$$

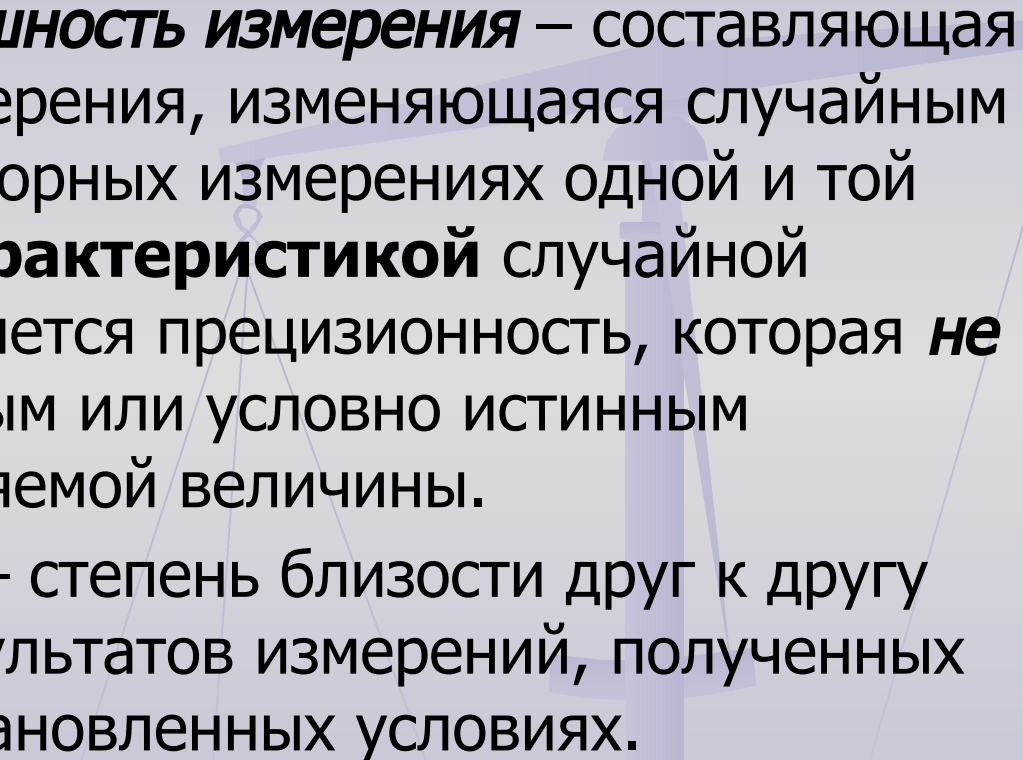
где K – коэффициент, включающий величины, которым можно приписать определенный *химический* или *физический* смысл.

В соответствии с требованиями закона РФ «**Об обеспечении единства измерений**» для получения надежных и сопоставимых данных **результаты измерений должны быть выражены в узаконенных единицах, и должна быть известна погрешность выполненных измерений.**

Погрешностью измерений (ΔX) называют отклонение результата измерений от действительного (истинного) значения измеряемой величины.

По характеру причин, вызывающих погрешности, их делят на **систематические, случайные и грубые (промахи).**

- **К систематическим** относят погрешности, которые вызваны постоянно действующей причиной, которые постоянны во всех измерениях или меняются по постоянно действующему закону. Значение систематической погрешности характеризует правильность измерений. *Правильность* – степень близости результата измерений к истинному или условно истинному (действительному) значению измеряемой величины.
- **Грубая погрешность измерения** – погрешность измерения, существенно превышающая ожидаемую при данных условиях погрешность. *Промах* – вид грубой погрешности, зависящий от наблюдателя и связанный с неправильным обращением со средствами измерения, неверным отсчетом показателей, ошибками при записи результатов, некомпетентностью и т. д.

- 
- **Случайная погрешность измерения** – составляющая погрешности измерения, изменяющаяся случайным образом при повторных измерениях одной и той же величины. **Характеристикой** случайной погрешности является прецизионность, которая **не связана** с истинным или условно истинным значением измеряемой величины.
 - **Прецизионность** – степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных установленных условиях.

Экстремальные показатели прецизионности – *повторяемость* или *сходимость* и *воспроизводимость*.

- ***Сходимость (повторяемость)*** – характеристика результата анализа, определяемая близостью результатов одной и той же пробы, выполненного по одной и той же методике анализа, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же экземпляра оборудования в течение короткого промежутка времени.
- ***Воспроизводимость*** – характеристика результата анализа, определяемая близостью результатов одной и той же пробы, выполненного по одной и той же методике анализа, но в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различных экземпляров оборудования в течение достаточно длительного промежутка времени.

ПОГРЕШНОСТИ

Систематические

Случайные

Грубые (промахи)

*Правильность
измерений*

*Прецизионность
измерений*

*Сходимость
(повторяемость)*

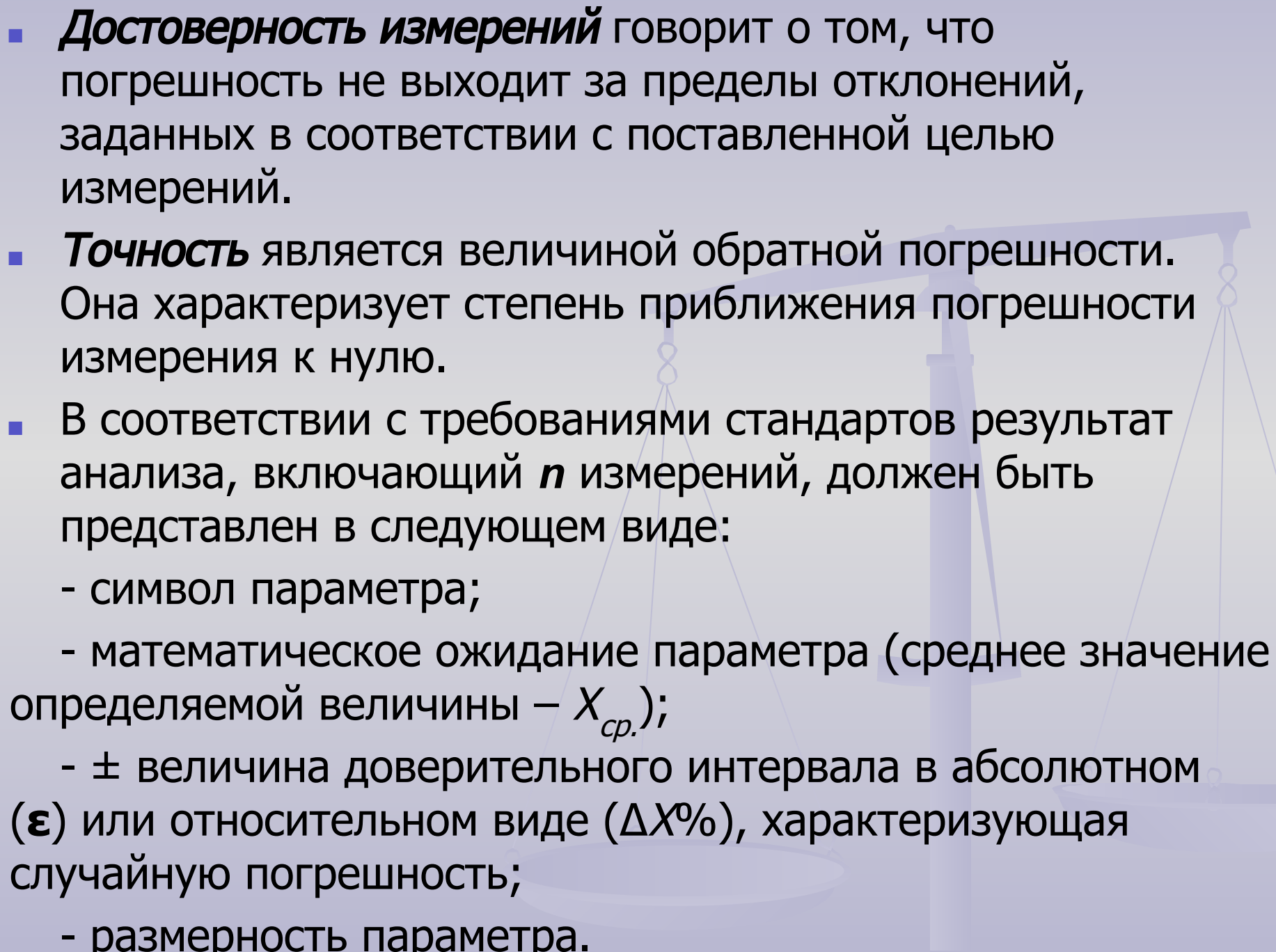
Воспроизводимость

Точность

*Выявляются и
учитываются*

Вычисляются

Исключаются

- 
- **Достоверность измерений** говорит о том, что погрешность не выходит за пределы отклонений, заданных в соответствии с поставленной целью измерений.
 - **Точность** является величиной обратной погрешности. Она характеризует степень приближения погрешности измерения к нулю.
 - В соответствии с требованиями стандартов результат анализа, включающий n измерений, должен быть представлен в следующем виде:
 - символ параметра;
 - математическое ожидание параметра (среднее значение определяемой величины – $X_{cp.}$);
 - \pm величина доверительного интервала в абсолютном (ϵ) или относительном виде ($\Delta X\%$), характеризующая случайную погрешность;
 - размерность параметра.