

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

лектор – доц. Коржова А. С.

2016

План лекции

1. Инструментальные методы анализа. Классификация методов.
2. Оптические методы анализа. Классификация оптических методов анализа.
 - 2.1. Молекулярный абсорбционный анализ.
 - 2.2. Рефрактометрия.
3. Электрохимические методы анализа. Общие понятия.
 - 3.1. Потенциометрический анализ.
 - 3.2. Кондуктометрический анализ.
 - 3.3. Полярографический анализ.
 - 3.4. Амперометрическое титрование.
 - 3.5. Кулонометрический анализ.
4. Хроматографические методы анализа. Ионообменная хроматография.

КЛАССИФИКАЦИЯ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

- *Оптические методы*
- *Электрохимические методы*
- *Хроматографические методы*
- *Радиометрические методы*
- *Термические методы*
- *Масс-спектрометрические*

КЛАССИФИКАЦИЯ ОПТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

По изучаемым объектам
атомный и молекулярный спектральный анализ

*По характеру взаимодействия электромагнитного
излучения с веществом*

молекулярный абсорбционный анализ

атомно-абсорбционный анализ

эмиссионный спектральный анализ

люминесцентный анализ

рефрактометрический анализ

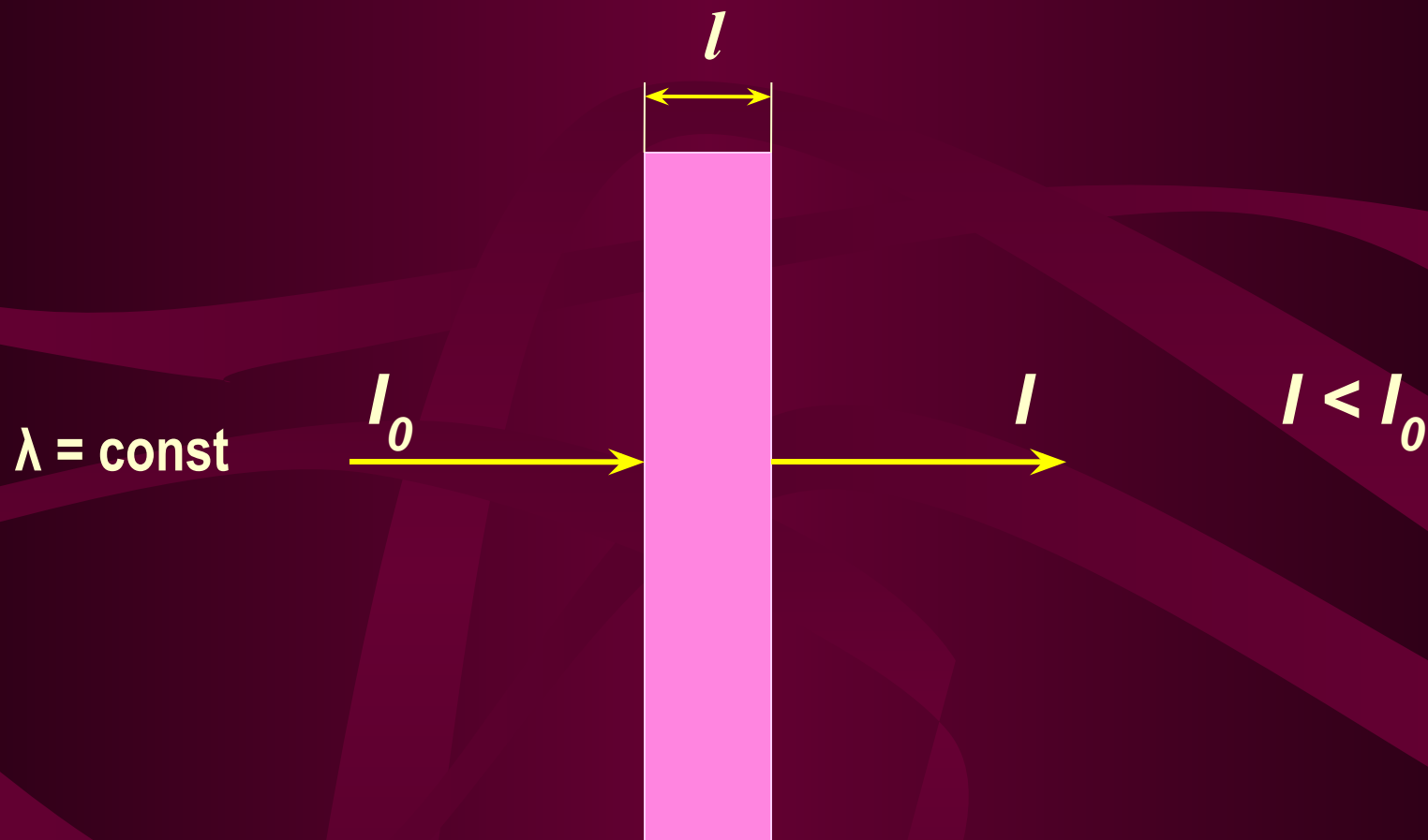
интерферометрический анализ

поляриметрический анализ и др.

По области электромагнитного спектра
ультрафиолетовая (УФ) область – 200-400 нм (185-390 нм)
видимая область – 400-760 нм (390-760 нм)
инфракрасная (ИК) область – 0,76-1000 мкм

По природе энергетических переходов
электронные спектры (в основном в УВИ области)
колебательные спектры (охватывают ИК-область)
вращательные спектры (дальняя ИК и микроволновая
область)

**Монохроматическое
(с определенной длиной волны) излучение**



ПЕРВЫЙ ЗАКОН СВЕТОПОГЛОЩЕНИЯ (закон Бугера-Ламберта)

$$\lg \frac{I_0}{I} = k_1 \cdot l$$

ВТОРОЙ ЗАКОН СВЕТОПОГЛОЩЕНИЯ (закон Бугера-Бера)

$$\lg \frac{I_0}{I} = k_2 \cdot C$$

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ОСНОВНОЙ ЗАКОН СВЕТОПОГЛОЩЕНИЯ (Бугера-Ламберта-Бера)

$$I = I_0 \cdot 10^{-k \cdot l \cdot C}$$

$$A = k \cdot C \cdot l$$

ПРИЧИНЫ ОТКЛОНЕНИЯ ОТ ОСНОВНОГО ЗАКОНА СВЕТОПОГЛОЩЕНИЯ

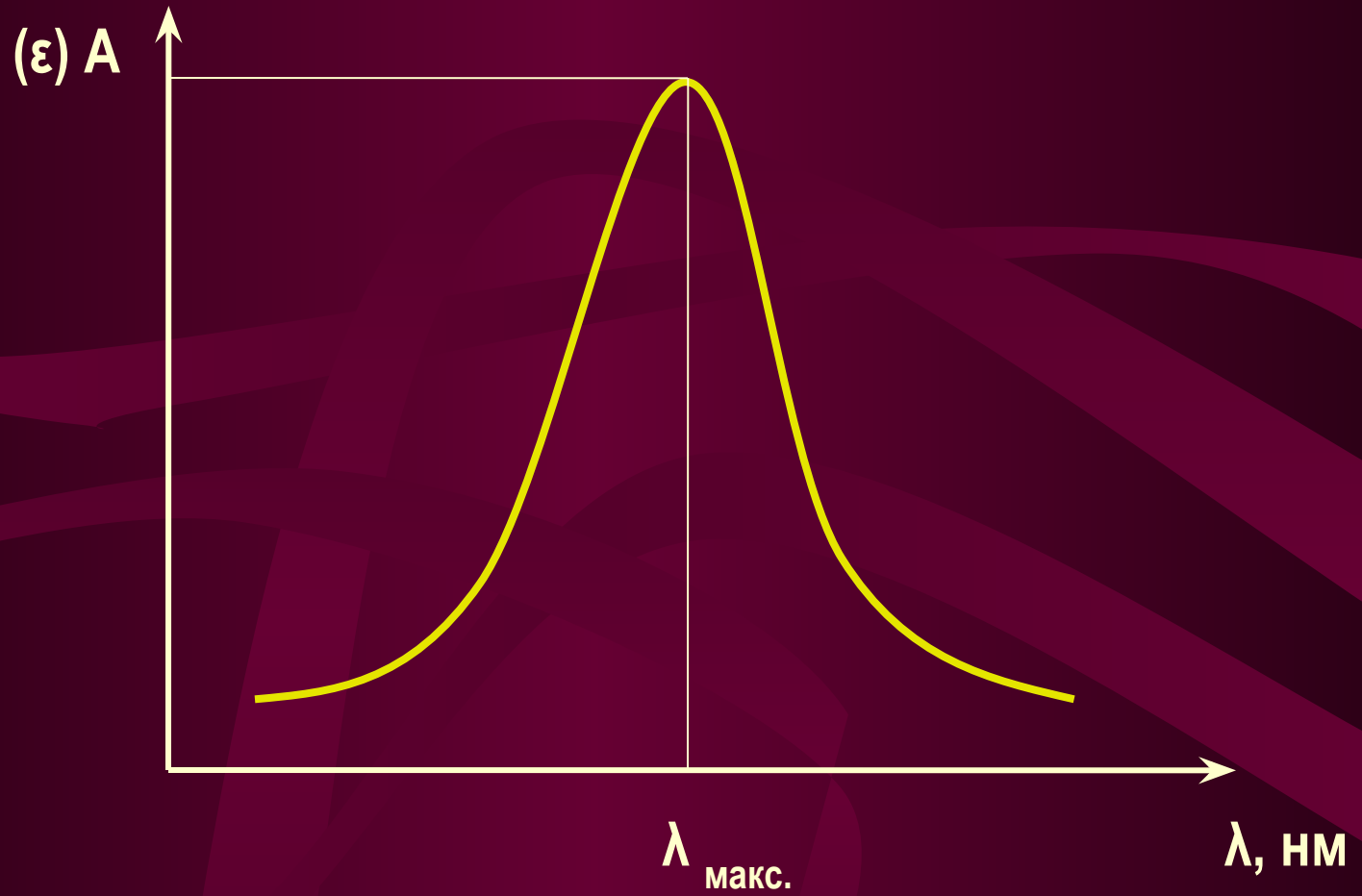
1. *Физико-химические факторы.*
2. *Инструментальные.*

МЕТОДЫ АБСОРБЦИОННОГО АНАЛИЗА

- *фотоколориметрический анализ;*
- *спектрофотометрический метод.*

Оба метода основаны на основном законе светопоглощения.

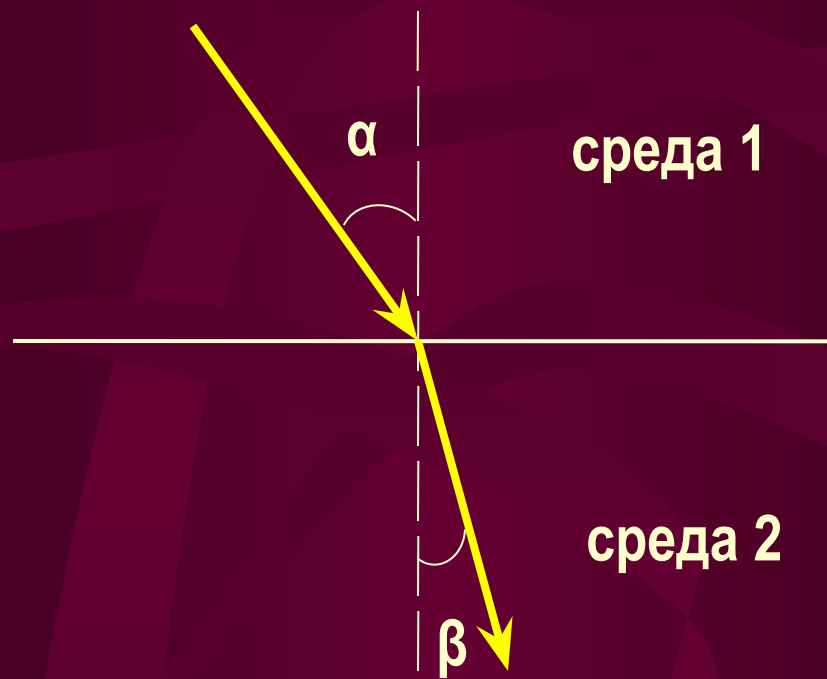
СПЕКТРЫ ПОГЛОЩЕНИЯ



УСЛОВИЯ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ

- фотометрическая реакция (если необходимо);
- выбор аналитической длины волны;
- выбор толщины поглощающего слоя;
- использование компенсационного раствора.

РЕФРАКТОМЕТРИЯ



Закон Снеллиуса

$$n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

СПОСОБЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ

- По калибровочному графику
- По таблицам
- По рефрактометрическому фактору

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

КЛАССИФИКАЦИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

- Потенциометрический анализ.
- Кондуктометрический анализ.
- Вольтамперометрический анализ.
- Кулонометрический анализ.

По способу применения электрохимических методов выделяют *прямые методы* и *косвенные методы*.

$$E_p = E^0 + \frac{RT}{Fn} \cdot \ln a, \text{ где}$$

E_p – измеряемая ЭДС реакции;

E^0 – стандартная ЭДС реакции (разность стандартных электродных потенциалов);

R – газовая постоянная (8,3144 Дж/К·моль);

T – абсолютная температура, при которой протекает реакция;

F – число Фарадея (96500 Кл);

n – число участвующих в полуреакции электронов;

a – активность определяемого вещества (иона).

КЛАССИФИКАЦИЯ ЭЛЕКТРОДОВ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

- индикаторные электроды;
- стандартные электроды сравнения.

КЛАССИФИКАЦИЯ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

1. Прямая потенциометрия:

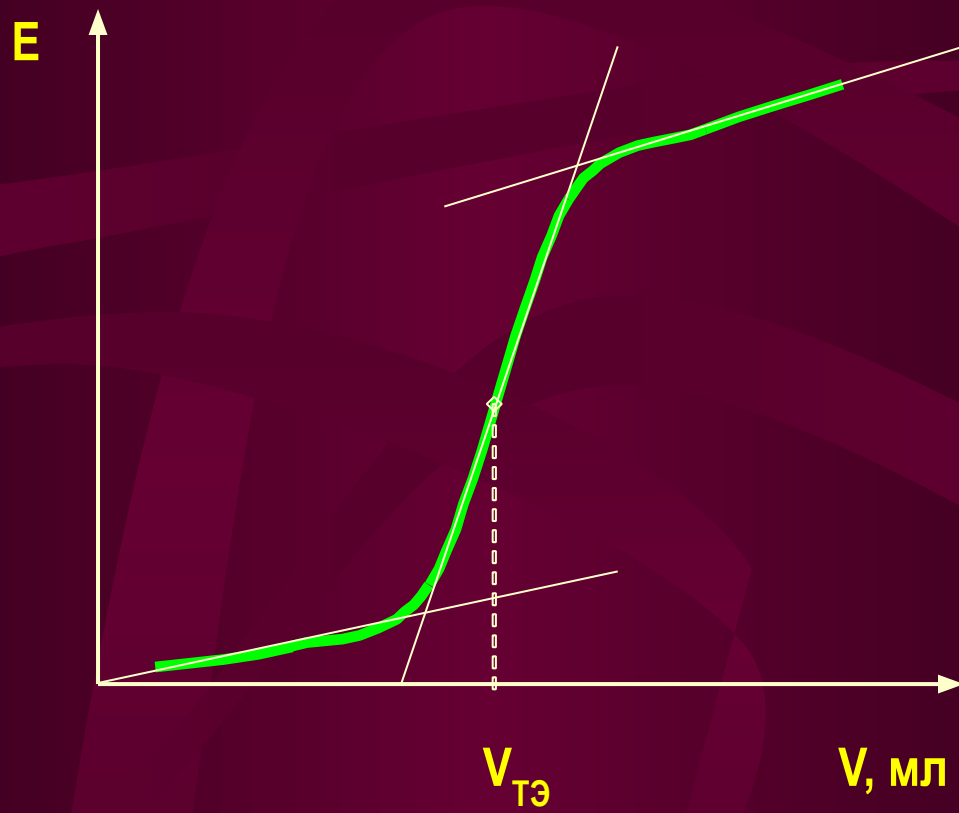
- рН-метрия;
- ионометрия.

2. Потенциометрическое титрование.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВЕЩЕСТВА В ПРЯМОЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИИ

1. Метод градуировочного графика.
2. Метод добавок стандарта.

ИНТЕГРАЛЬНЫЕ КРИВЫЕ



КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ (КОНДУКТОМЕТРИЯ)

основан на использовании зависимости между электропроводностью растворов электролитов и их концентрацией

ПРЯМАЯ КОНДУКТОМЕТРИЯ

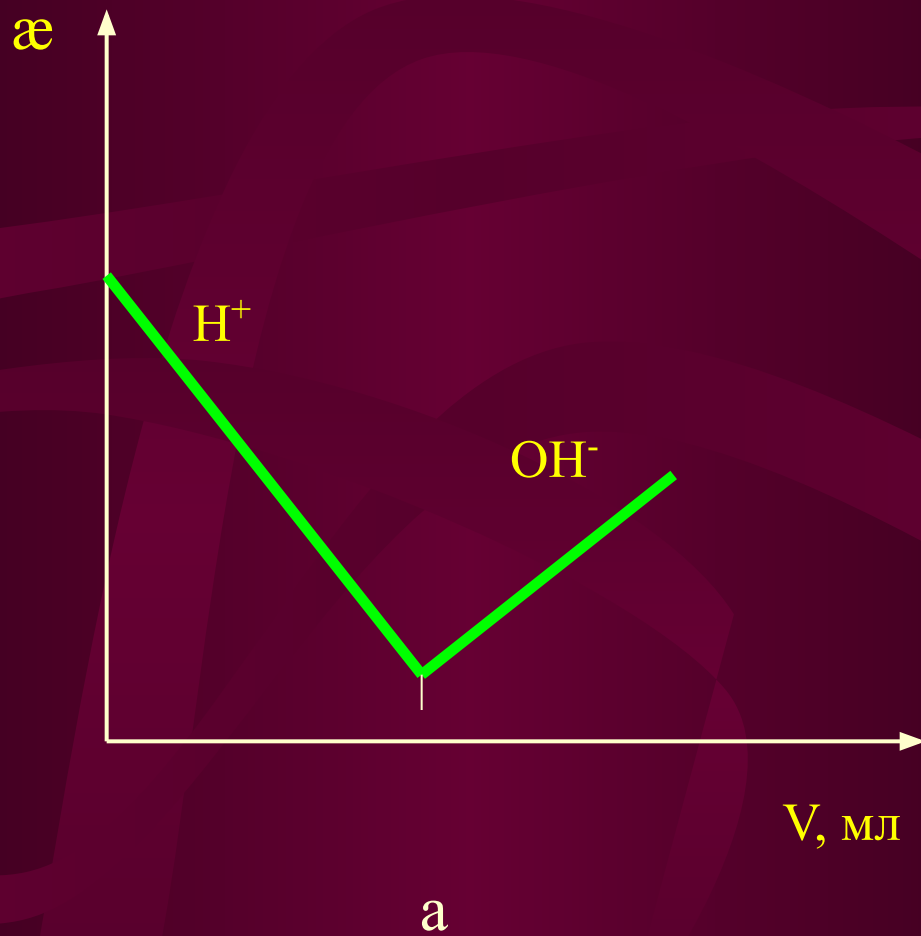
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ В ПРЯМОЙ КОНДУКТОМЕТРИИ

- расчетный метод

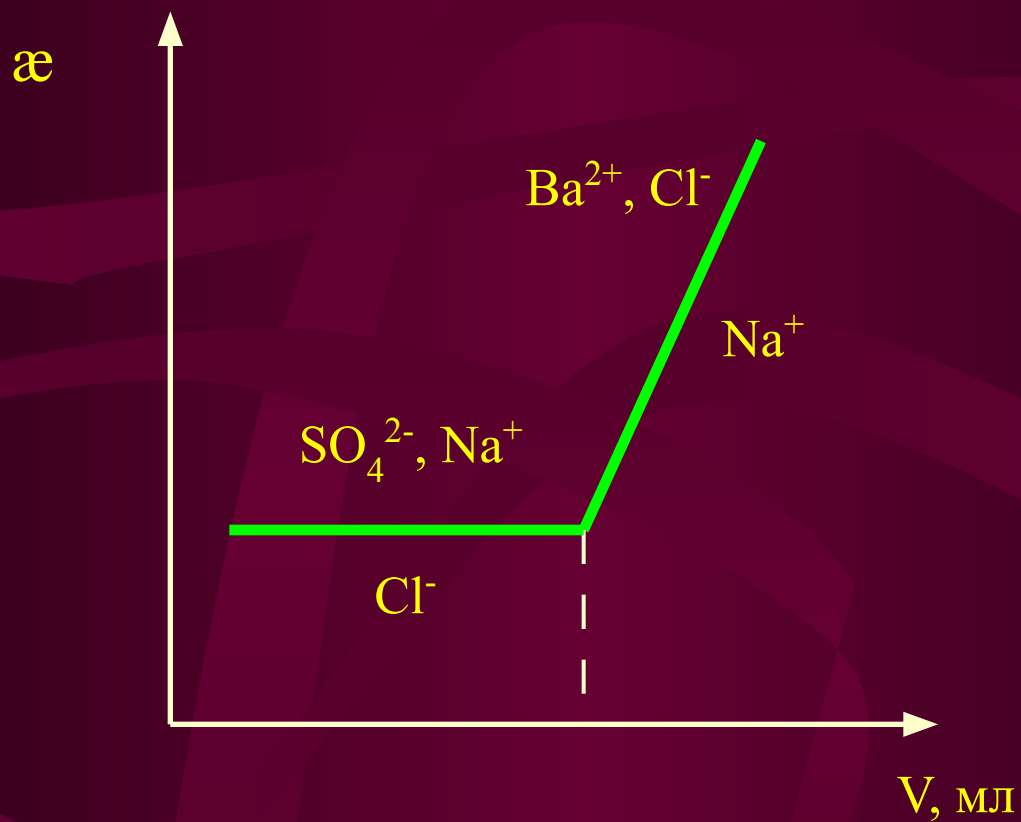
$$C = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda}$$

- метод градуировочного графика

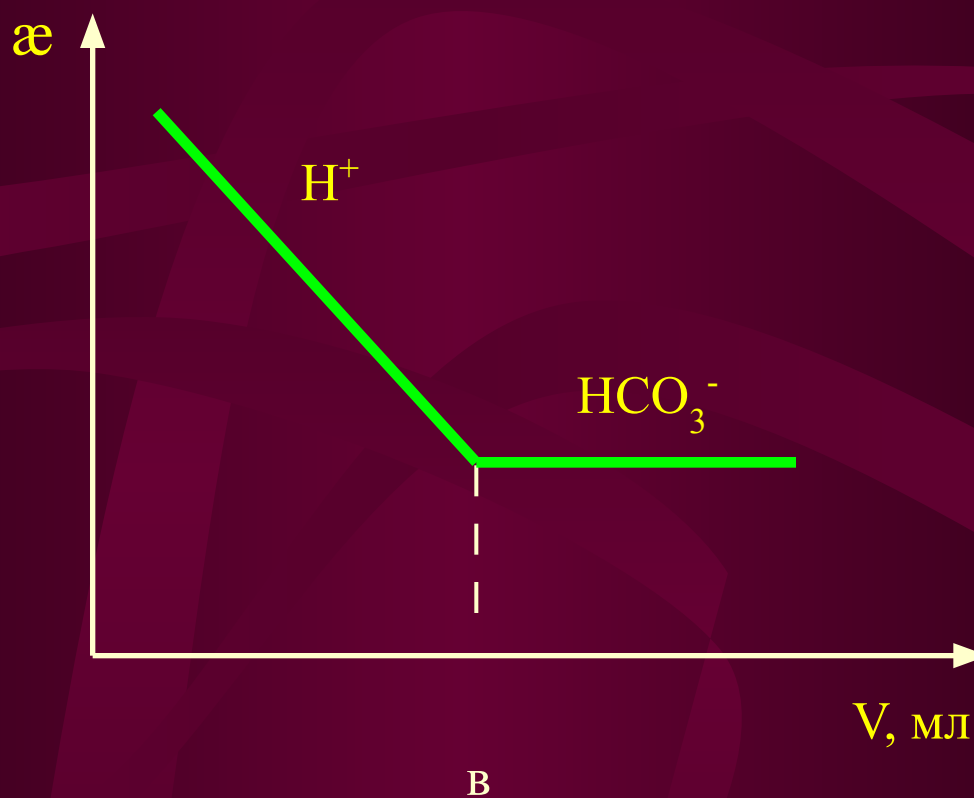
Титрование раствора сильной кислоты раствором щелочи



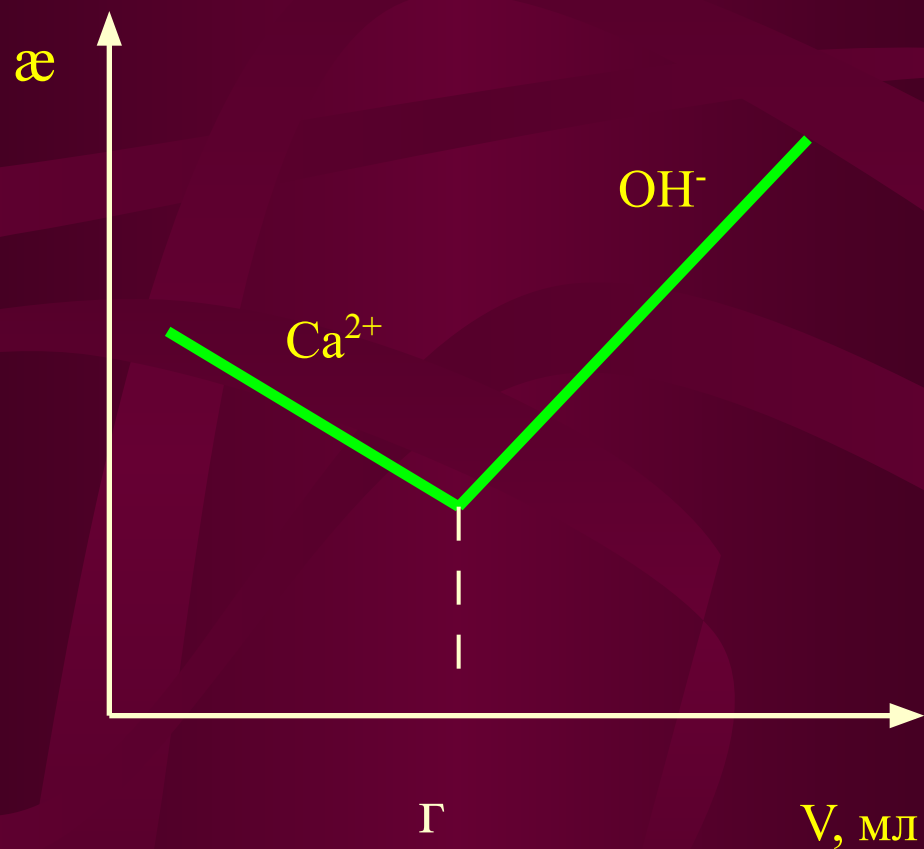
Титруемое вещество и титрант имеют ионы с низкой электрической подвижностью



Титрование раствора сильной кислоты раствором гидрокарбоната натрия



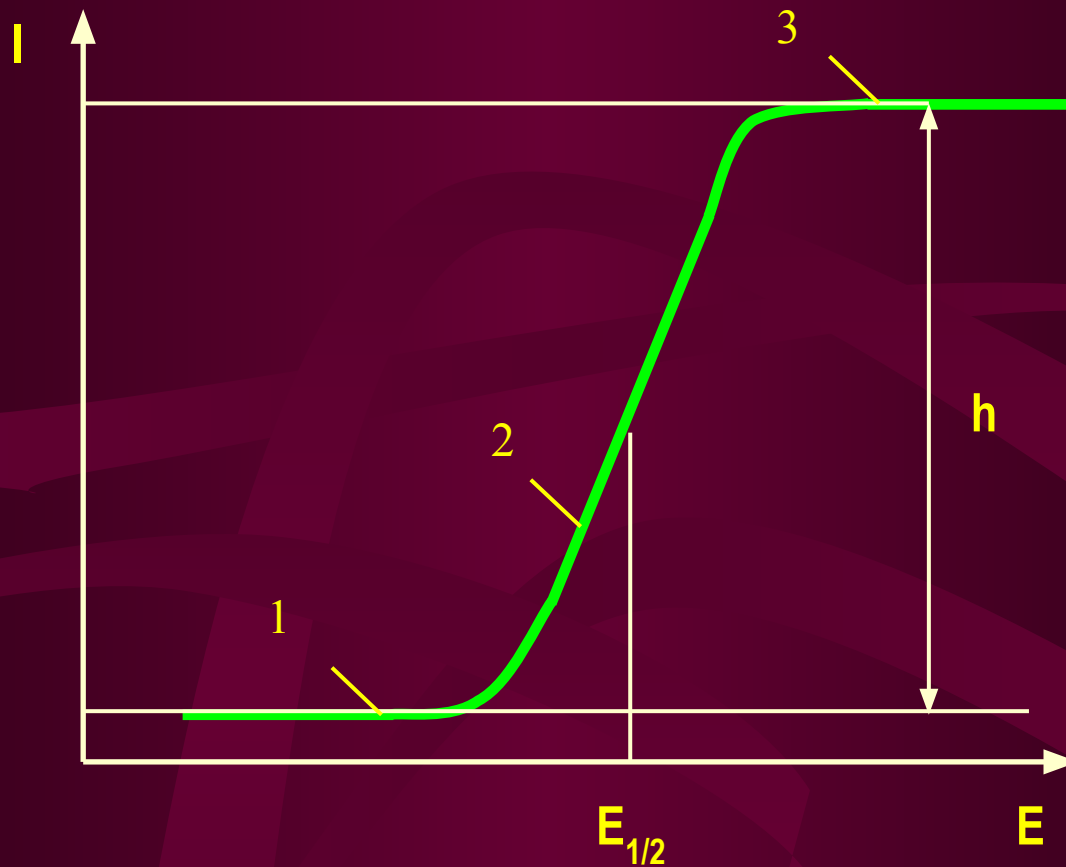
Титруемое вещество имеет ионы с низкой электрической подвижностью, титрант – с более высокой



ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ (ПОЛЯРОГРАФИЯ)

основан на использовании зависимости силы тока, протекающего при электролизе раствора, от концентрации электродноактивных веществ в анализируемом растворе

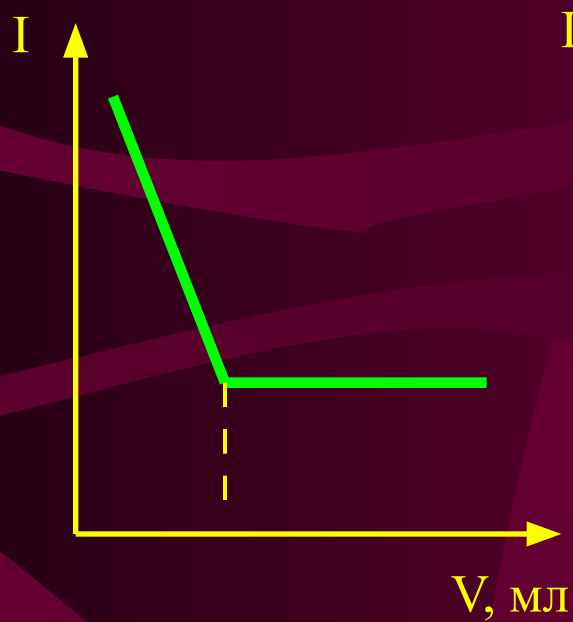
Полярографическая кривая (полярограмма)



1 – остаточный ток; 2 – фарадеевский ток; 3 – предельный ток;
 h (I_d) – диффузный ток; $E_{1/2}$ – потенциал полуволны, соответствует половине величины диффузного тока.

АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

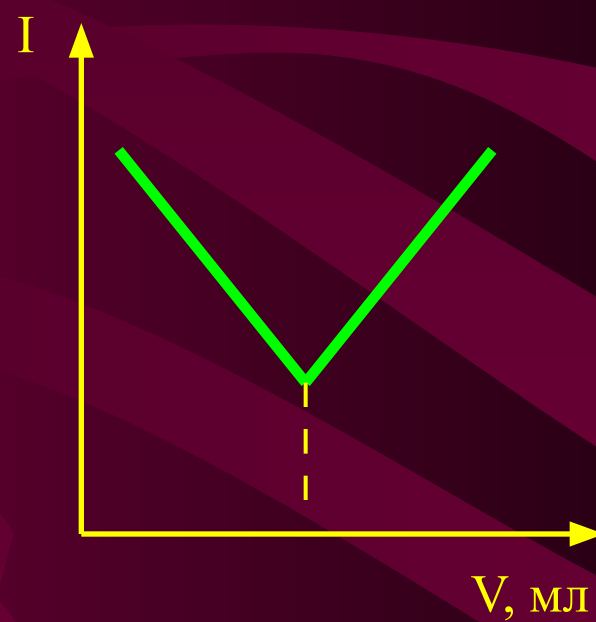
КРИВЫЕ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ



а



б



в

КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ (КУЛОНОМЕТРИЯ)

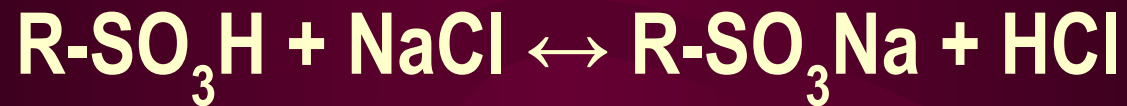
основан на использовании зависимости между массой вещества, прореагировавшего при электролизе в электрохимической ячейке, и количеством электричества, прошедшего через электрохимическую ячейку при электролизе только этого вещества

ЗАКОН ЭЛЕКТРОЛИЗА ФАРАДЕЯ

$$m = \frac{Q \cdot M}{n \cdot F} = \frac{I \cdot t \cdot M}{n \cdot F}$$

ИОНООБМЕННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Катионный обмен



Анионный обмен

