

*Курс лекций  
«Физические и  
химические методы  
анализа»*

Панкрушина Елизавета Алексеевна  
ИГГ УрО РАН  
Лаборатория ФМФМ, к. 131 и 124  
+7-919-38-966-94  
lizaveta.94@list.ru



**Аналитические данные** - основа всех исследований как в области фундаментальной науки о Земле, так и в прикладных отраслях (в поисковых и технологических работах).

**Геологические образцы** – одни из самых трудных с точки зрения физико-химика и аналитика.

В передовых мировых лабораториях, «обслуживающих» фундаментальные науки о Земле, а также геолого-разведочную и горно-добывающую промышленность, востребованы практически все аналитические материаловедческие методики исследования.

В последние годы явно идет сокращение классических химических аналитических методик и увеличение «приборных» спектроскопических методик.

## ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МИНЕРАЛОВ

К физическим свойствам, используемым для быстрого определения минералов, относятся *твердость, спайность, излом, цвет, блеск, цвет черты, удельный вес.*

Другие свойства минералов – *параметры решетки, термосвойства, ИК-поглощение, окраска (спектры оптического поглощения), люминесценция, магнитность, электропроводность, дефектность решетки, растворимость (в воде или кислотах), прочность, вкус, ощущение на ощупь, запах, общий облик (габитус) кристаллов.*

Знание физических свойств позволяет определять многие минералы после физического или химического исследования.

# КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ АНАЛИЗА, ОСНОВАННАЯ НА МЕТОДАХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**Химические методы анализа** – в основе лежит химическая реакция (гравиметрия, титриметрия);

**Физико-химические методы анализа** – в основе лежит химическая реакция, но измеряется физическая величина с использованием приборов, инструментов (спектрофотометрия, электрохимические методы анализа);

**Физические методы анализа** – в основе лежат физические явления и процессы (спектральные методы анализа, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы анализа). Воздействие на материал пробы приводит к существенному изменению некоторой величины; это приводит к генерированию аналитического сигнала; сигнал функционально связан с содержанием определяемого компонента.

# КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ПО ОБЛАСТИ СПЕКТРА

## Электромагнитная шкала

$\lambda 10^{-11}$  м

$\lambda 10^{-3}$  м



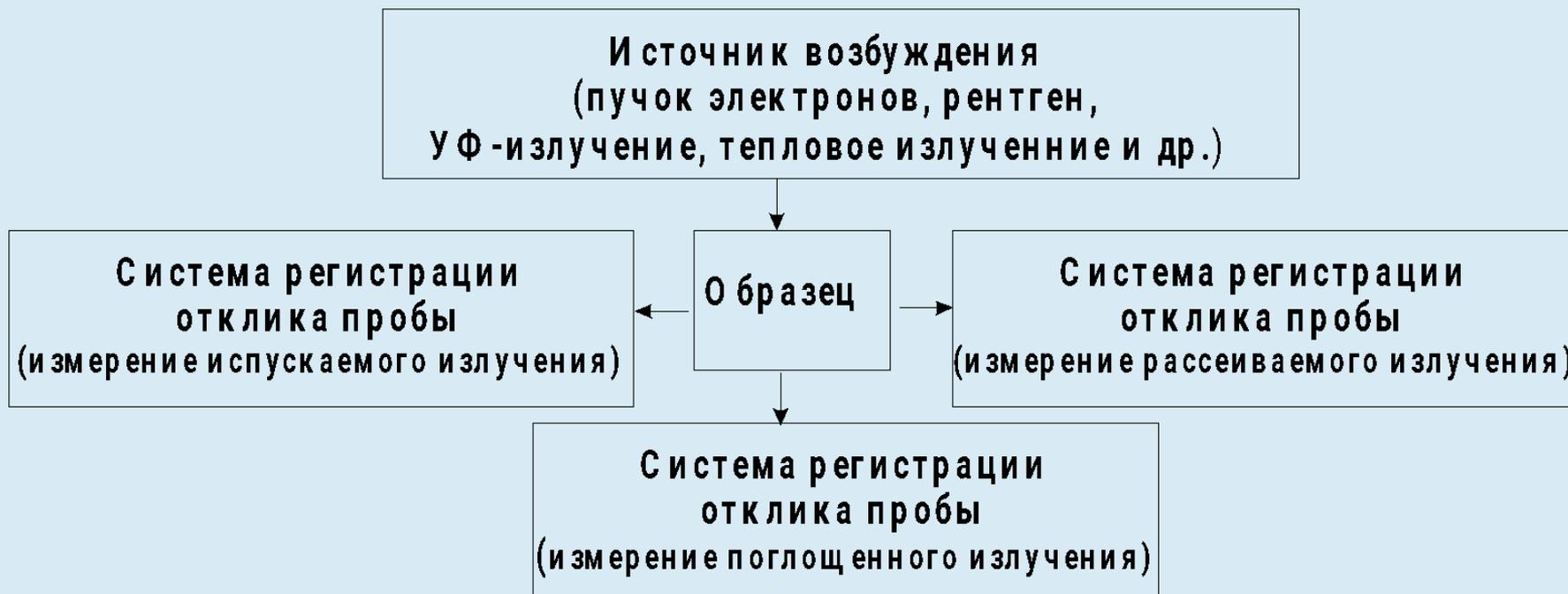
$\nu 10^{20}$  Гц

$\nu 10^4$  Гц

$\gamma$	Ядерные процессы	$\lambda < 10^{-11}$ м
X	Внутренние e	$\lambda 10^{-11} - 10^{-8}$ м
UV, Vis, IR	Внешние e	$\lambda 10^{-8} - 10^{-6}$ м
IR far	Внутримолекулярное в/д	$\lambda 10^{-6} - 10^{-4}$ м
$\mu$ и R	Внутримолекулярное в/д	$\lambda > 10^{-4}$ м

# КЛАССИФИКАЦИЯ СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ПО ТИПУ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ВНЕШНЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ ПРОБЫ

**Методы основаны на регистрации изменения сигнала, образованного в результате взаимодействия излучения с веществом.**



## I. Методы, основанные на измерении поглощенного излучения

<b>Метод анализа</b>	<b>Способ воздействия излучения на вещество</b>	<b>Процессы, приводящие к генерации аналитического сигнала</b>
УФ и ИК-спектрометрия	Поток квантов света соот-го диапазона	Поглощение первичного света ионами, молекулами, возбуждение этих частиц =>измеряем поглощение света
ЭПР и ЯМР спектрометрия	Поток квантов радиочастотного диапазона	Изменение ориентации спина электронов или ядер во внешнем магнитном поле
Атомно-абсорбционная спектрометрия	Поток квантов света (резонансного излучения)	Поглощение квантов атомами и ионами определяемого элемента
Термография	Поток теплового излучения	Поглощение или выделение тепла, изменение массы пробы, изменение физико-химических характеристик пробы

# Классификация физических методов анализа (по схеме воздействие-отклик)

## II. Методы, основанные на измерении рассеиваемого излучения (характеристичность первичного излучения отсутствует)

<b>Метод анализа</b>	<b>Способ воздействия излучения на вещество</b>	<b>Процессы, приводящие к генерации аналитического сигнала</b>
Рентгено-структурный анализ	Поток квантов рентгеновского, нейтронного, синхротронного излучения	Рассеивание излучения атомами пробы
Спектрометрия рассеянных ионов	Поток ускоренных ионов	Рассеивание ионов атомами пробы

### III. Методы, основанные на измерении испускаемого (вторичного) излучения

<b>Метод анализа</b>	<b>Способ воздействия излучения на вещество</b>	<b>Процессы, приводящие к генерации аналитического сигнала</b>
Атомно-эмиссионная спектрометрия	Тепловое излучение электрических разрядов или пламени, оптическое излучение возбуждаемое в этих источниках	Испускание квантов света атомами, ионами, молекулами
Атомно-флюоресцентная спектрометрия	Видимое или УФ-излучение	Испускание квантов света атомами, ионами, молекулами
Лазерная фотоионизационная	Излучение лазера в УФ-диапазоне	Электрический ток ионов
Люминесцентный анализ	Излучение в УФ- и рентгеновском диапазоне, тепловой поток, поток электронов	Испускание квантов света молекулами и атомами

Метод анализа	Способ воздействия излучения на вещество	Процессы, приводящие к генерации аналитического сигнала
Рентгено-флюоресцентная спектрометрия	Кванты рентгеновского излучения	Испускание квантов вторичного излучения
Рентгеноспектральный электронно-зондовый микроанализ	Поток ускоренных сфокусированных электронов (d~1мкм)	Испускание квантов рентгеновского, оптического диапазона, образование и поглощение первичных электронов, выбивание вторичных электронов.
Масс-спектрометрия	Тепловое излучение электрических разрядов, пучки ускоренных ионов	Образование ионов, атомов, молекул и радикалов и превращение их в поток ионов.

<b>Метод анализа</b>	<b>Способ воздействия излучения на вещество</b>	<b>Процессы, приводящие к генерации аналитического сигнала</b>
Электронная спектрометрия	Рентгеновские или УФ кванты	Выбивание электронов, измерение интенсивности потока электронов и их энергии.
Спектрометрия Оже-электронов (электроны внутр. конверсии)	Поток электронов	Выбивание электронов с внутренней оболочки атома и измерение энергии (интенсивности) потока.
Нейтронно-активационный анализ	Поток тепловых или быстрых нейтронов	Образование составных радиоактивных ядер и испускание гамма-квантов как продуктов распада, которые регистрируются.

# Классификация МА по характеру получаемых результатов анализа:

**Качественный анализ** – устанавливается наличие в пробе определяемых элементов или молекул с очень грубой классификацией их содержания (много, мало, больше, меньше).

**Количественный анализ** – аналитик выдает точное содержание аналита в пробе с оцененной погрешностью определения.

**Полуколичественный анализ** – оценка содержания компонента в некотором интервале концентраций. Погрешность составляет 30-50%.

## Классификация МА по способу реализации:

**Элементный** – устанавливается состав пробы по элементам.

**Изотопный** – устанавливается изотопный состав.

**Молекулярный** – устанавливается молекулярный состав пробы.

**Структурный** – определяются все (основные) структурные составляющие.

**Валовый** – в процессе анализа участвует весь объём пробы и мы определяем среднее содержание компонента во всем объёме.

**Локальный** – проводится в точке образца взаимодействующей со сфокусированным воздействием. Содержание в точке.

**Поверхностный анализ** – поверхностные и приповерхностные области пробы (3-5 атомных слоя).

**Послойный анализ** – по глубине образца путем последовательного удаления атомных слоев

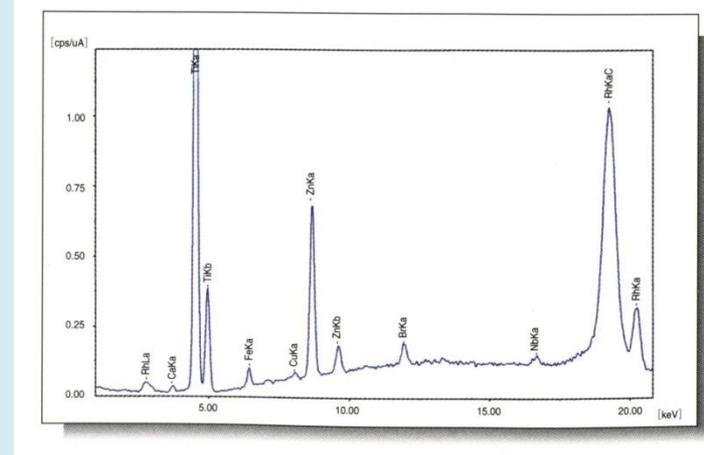
# Стадии Физико-Химического Метода

## Анализ

1. Отбор представительной пробы – малое количество вещества (от 10мг) должно представлять большую массу вещества (100гр-1кг).
2. Пробоподготовка – перевод материала пробы в аналитически удобную форму.
3. Дозирование пробы.
4. Дозирование энергии воздействия физического излучения.

для получения наилучшей воспроизводимости и правильности результатов необходимо, чтобы дозированное количество энергии полностью поглощалось строго определенной массой пробы

5. Взаимодействие излучения с веществом пробы и генерация аналитического сигнала.
6. Выделение сигнала из шумового фона.
7. Регистрация сигнала.
8. Обработка информации.



Каждая из этих стадий вносит погрешность!!!

## Характеристики методов анализа

**Чувствительность метода** определяется тем минимальным количеством вещества, которое можно определять или обнаруживать данным методом.

**Избирательность (селективность) метода.** Зная химические свойства образца, выбирают наиболее избирательный метод анализа, т.е. метод, с помощью которого в данных условиях можно определить нужные компоненты без помех со стороны других присутствующих компонентов. Метод называют специфичным, если он позволяет обнаруживать или определять один компонент в сложной смеси.

**Точность анализа** – собирательная характеристика метода, включающая его правильность и воспроизводимость. Точность часто характеризуют относительной погрешностью (ошибкой) измерений.

**Экспрессность метода.** Требование к экспрессности (быстроте проведения анализа) часто выдвигается как одно из основных при выборе метода анализа. Существуют методы, позволяющие очень быстро проводить анализ.