

ЛЕКЦІЯ 6

Розділ 2. Сучасні інструментальні засоби наукових досліджень

Тема 2.1: Фізичні та фізико-хімічні методи наукових досліджень

Лекція 6. Характеристика фізико-хімічних методів аналізу

План

- 1 Фізико-хімічні методи аналізу
- 2 Класифікація фізико-хімічних методів аналізу
- 3 Області використання фізико-хімічних методів аналізу

1 Фізико-хімічні методи аналізу

Фізико-хімічні, або інструментальні, методи аналізу ґрунтуються на вимірюванні за допомогою приладів (інструментів) певних фізичних властивостей та параметрів системи, які виникають або змінюються в ході виконання аналітичної реакції.

Бурхливий розвиток фізико-хімічних методів аналізу викликаний тим, що класичні методи хімічного аналізу – гравіметрія, титриметрія – не в змозі задовольнити чисельні вимоги галузей промисловості: хімічної, фармацевтичної, металургійної, напівпровідникової, атомної та ін., які вимагають підвищення чутливості методів до 10%, їх селективності і експресності. Це дозволяє управляти технологічним процесом за даними хімічного аналізу, а також виконувати його в автоматичному режимі і дистанційно. Ряд сучасних фізико-хімічних методів аналізу дозволяють одночасно в одній і тій же пробі виконувати як якісний, так і кількісний аналіз компонентів. Точність аналізу сучасних фізико-хімічних методів порівнювана з точністю класичних методів, а в деяких випадках, наприклад, в кулонометрії – істотно вища. У порівнянні з класичними фізико-хімічні або інструментальні методи аналізу мають ряд переваг: високу чутливість,

селективність, експресність, об'єктивність, можливість автоматизації і комп'ютеризації процесу аналізу.

До недоліків деяких фізико-хімічних методів аналізу слід віднести дорожнечу приладів, що використовуються, необхідність використання еталонів. Тому класичні методи аналізу, як і раніше, не втратили свого значення і їх застосовують там, де немає обмежень у швидкості виконання аналізу, де потрібна висока його точність.

2 Класифікація фізико-хімічних методів аналізу

В основу класифікації фізико-хімічних методів аналізу покладена природа вимірюваного фізичного параметра аналіту, величина якого є функцією кількості речовини. Відповідно до цього всі фізико-хімічні методи ділять на три великі групи:

- електрохімічні;
- оптичні;
- хроматографічні.

Електрохімічні методи аналізу ґрунтуються на залежності електричних параметрів: сили струму, напруги, рівноважних електродних потенціалів, електричної провідності, кількості електрики – від концентрації досліджуваної речовини в розчині.

Відповідно до рекомендацій ІЮПАК всі електрохімічні методи аналізу розподіляються на дві великі групи:

- 1) методи *без перебігу електрохімічних реакцій* на електродах електрохімічної комірки: кондуктометрія з використанням струмів низьких (50-10000 Гц) і високих частот (більше 1 МГц);
- 2) методи *з перебігом електрохімічних реакцій* на електродах електрохімічної комірки: потенціометрія (за відсутності струму), кулонометрія і вольтамперометрія (під дією струму).

Електрохімічні методи використовують залежність будь-якої електричної властивості (потенціал, електропровідність, поляризація, тощо) від концентрації речовини. Основні електрохімічні методи аналізу:

- потенціометричний;
- вольтамперометричний;
- полярографічний;
- кондуктометричний;
- кулонометричний.

Потенціометричні методи аналізу засновані на вимірі потенціалу електрода, який занурений в розчин визначуваної речовини.



Рис. Прилад та скляні електроди для проведення потенціометричного титрування

Вольтамперометричні методи засновані на вивченні залежності току, що проходить через розчин від напруги, що подається на тверді електроди (платинові або графітові).

Полярографічні методи вивчають залежність току від напруги при використанні ртутного капаючого електрода.

Кондуктометричні методи використовують залежність електропровідності розчинів від концентрації речовини.

Кулонометричні методи засновані на вимірі кількості електрики, що пройшла через розчин від концентрації речовини.

Оптичні методи аналізу ґрунтуються на вимірюванні параметрів, що характеризують взаємодію електромагнітного випромінювання з речовинами: інтенсивність випромінювання збуджених атомів, поглинання монохроматичного випромінювання, показника заломлення світла, кута обертання площини поляризованого променя світла тощо. Всі ці параметри є функцією концентрації речовини в аналізованому об'єкті.

Спектроскопічні методи засновані на вивченні явищ та ефектів, що виникають при взаємодії речовини зі світлом. Найбільш поширені спектроскопічні методи аналізу: атомно-емісійна спектроскопія; атомно-абсорбційна спектроскопія; молекулярно-абсорбційна спектроскопія; ІЧ-спектроскопія; Мас-спектрометрія.

Атомно-емісійний спектральний аналіз заснований на вимірі довжини хвилі і інтенсивності світла, що випромінюється атомами та іонами газоподібному стані.

Атомно-абсорбційний метод аналізу заснований на поглинанні світла вільними назбудженими атомами, що перебувають у газовій фазі.



Рис. Атомно-абсорбційний абсорбер

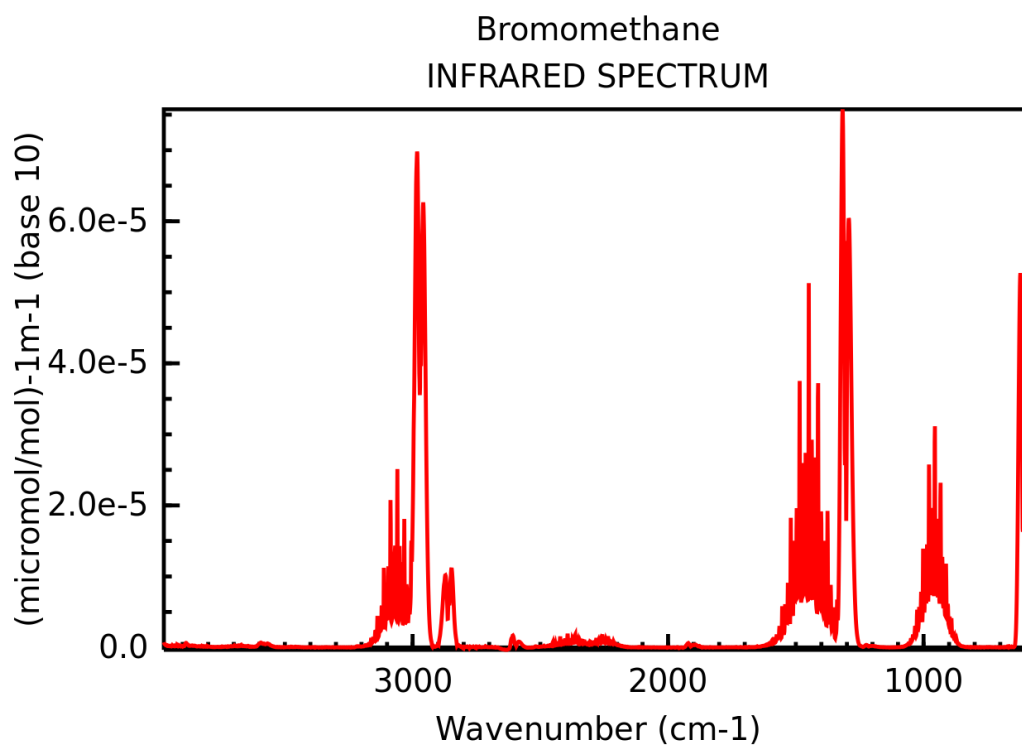
Молекулярна абсорбційна спектроскопія заснована на поглинанні електромагнітного випромінювання речовинами.

Метод ІЧ-спектроскопії так само, як і спектрофотометрія, є молекулярним абсорбційним методом. ІЧ-спектр речовини – неповторний і індивідуальний тільки для даної речовини.



Рис. ІЧ-спектрометр Bruker VERTEX 70 з ІЧ мікроскопом HYPERION

2000



NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)

Рис. Приклад ІЧ- спектру

Мас-спектральний аналіз заснований на здатності газоподібних іонів розділятися в магнітному полі.

Хроматографічні методи – це методи розділення однорідних багатокомпонентних сумішей на окремі компоненти сорбційними методами в динамічних умовах. У цих умовах компоненти суміші розподіляються між двома фазами – рухомою і нерухомою. Розподіл компонентів оснований на відмінності їх коефіцієнтів розподілу між рухомою і нерухомою фазами, що призводить до різних швидкостей перенесення цих компонентів з нерухомої фази у рухому. Після розділення суміші компоненти ідентифікують і визначають різними методами аналізу.

Хроматографічні методи характеризуються як ефективні методи концентрування, розділення і визначення неорганічних і органічних сполук. Вони засновані на розподілі компонентів між двома фазами, одна з яких нерухома, а друга рухається повз неї. За агрегатним станом фаз виділяють газову хроматографію, рідинну та газорідинну. За технікою виконання хроматографічні методи аналізу поділяються на:

- іонообмінна хроматографія (виконується у колонках);
- тонкошарова;
- паперова.

В основі іонообмінної хроматографії лежить динамічний процес заміщення іонів, пов'язаних з нерухомою фазою, іонами з рухомої фази, що поступають в колонку разом з розчином.

Тонкошарова і паперова хроматографії відносяться до площинної хроматографії. Обидва методи основані на використанні хроматографічних систем рідина – твердий сорбент. Рухома фаза – різні органічні розчинники.

Хроматографічні методи використовуються для якісного і кількісного аналізу.



Рис. Хроматографічне обладнання хімічної лабораторії.

Залежність аналітичного сигналу від концентрації речовини частіше за все прямопропорційна і називається вона градувальним графіком. Для побудови градувального графіка використовують стандартні розчини або стандартні зразки. Стандартний розчин – це розчин, концентрація якого встановлена з точністю до четвертого знаку. Стандартні зразки – це природні або технічні речовини, для котрих шляхом багатократного аналізу встановлений хімічний склад. Стандартні зразки мають свідоцтва, де наведені масові частки компонентів і похибки, з якими вони встановлені.

3 Області використання фізико-хімічних методів аналізу

Області використання фізико-хімічних методів аналізу досить різноманітні, але всі вони, звичайно, так чи інакше, стосуються науки або техніки. В цілому можна навести кілька основних прикладів, з яких стане зрозуміло, для чого саме потрібні подібні методи.

1. Контроль над перебігом складних технологічних процесів на виробництві. У цих випадках обладнання необхідно для безконтактного управління і відстеження всіх структурних ланок робочої ланцюжка. Ці ж

прилади зафіксують неполадки і несправності і дадуть точний кількісний і якісний звіт про заходи усунення та попередження.

2. При проведенні наукових досліджень, в тому числі, досліджень при вивченні пожежної безпеки речовин, технологічних процесів.

3. Проведення хімічних практичних робіт з метою якісного і кількісного визначення виходу продукту реакції.

4. Дослідження зразка речовини з метою встановлення його точного елементного складу.

5. Визначення кількості та якості домішок в загальній масі зразка.

6. Точний аналіз проміжних, основних і побічних учасників реакції.

7. Докладний звіт про будову речовини і проявляються їм властивості.

8. Відкриття нових елементів і отримання даних, що характеризують їх властивості.

9. Практичне підтвердження теоретичних даних, отриманих емпіричним шляхом.

10. Аналітична робота з речовинами високої чистоти, що застосовуються в різних галузях техніки.

11. Титрування розчинів без застосування індикаторів, яке дає більш точний результат і має зовсім просте управління, завдяки роботі апарату. Тобто вплив людського фактора зводиться до нуля.

12. Основні фізико-хімічні методи аналізу дозволяють вивчити склад:

- мінералів;
- корисних копалин;
- силікатів;
- металів і неметалів;
- сплавів;
- органічних і неорганічних речовин;
- монокристалів;

- рідкісних і розсіяних елементів.

Висновок. Фізико-хімічні методи аналізу ґрунтуються на вимірюванні за допомогою приладів (інструментів) певних фізичних властивостей та параметрів системи, які виникають або змінюються в ході виконання аналітичної реакції.

Питання для самоконтролю

1. В чому полягає сутність фізико-хімічних методів аналізу?
2. Які ви знаєте методи фізико-хімічного аналізу?
3. Навести класифікацію фізико-хімічних методів аналізу.
4. Назвіть основні індикаторні електроди, принципи їхньої роботи.
5. Назвіть області використання фізико-хімічних методів аналізу

Рекомендована література

1. Алесковский Б.Б и др. Физико-химические методы анализа. – Л., Химия. – 1988. – 373 с.
2. Химическая энциклопедия в 5 т. / под ред. И. Л. Кнунянца. – М.: Советская энциклопедия, 1990.