

# Тема 4

## Инструментальные (физические и физико-химические)

### методы анализа

➤ лекция 5

Оптические методы анализа

➤ лекция 6

Атомно-эмиссионная и атомно-абсорбционная спектроскопия

➤ лекция 7

Электрохимические методы анализа

➤ лекция 8

Люминесцентный метод

➤ лекция 9

Методы разделения и анализа веществ. Хроматография. Масс-спектрометрия

➤ лекция 1  
**Оптические методы анализа**

Методы, работающие в УФ, видимом и ИК диапазоне называют **оптическими**.

Они основаны на способности вещества пропускать энергию при нагревании или поглощать энергию в определенных диапазонах электромагнитного спектра.

Оптические методы, основанные на поглощении энергии под действием источника излучения, называются **абсорбционными методами** и связаны с воздействием на вещество электромагнитного излучения в области длин волн от 1нм до  $10^8$ нм.

Сюда входят инфракрасная, видимая и ультрафиолетовая области спектра.

Длина волны, нм	200 - 400	400 - 800	> 800
«Вакуумная» ультрафиолетовая область спектра	ультрафиолетовая область спектра	Видимая область спектра	Инфракрасная область спектра

самая длинноволновая - инфракрасная область,  
самая коротковолновая и энергетически жесткая – ультрафиолетовая область.

# Закон Бугера-Ламберта-Бера

$$J_0 = J + J_0 + J_{от}$$

Таким образом,  $J_0 > J$

Величина  $D = \lg \frac{J_0}{J}$  называется оптической **плотностью вещества**.

**Оптическая плотность** – мера непрозрачности вещества для световых лучей. Для абсолютно прозрачного раствора  $D=0$ , для абсолютно непрозрачного  $D \rightarrow \infty$

$$D = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

$\varepsilon$ -молярный коэффициент светопоглощения (зависит от природы вещества, температуры растворителя и длины волны света)

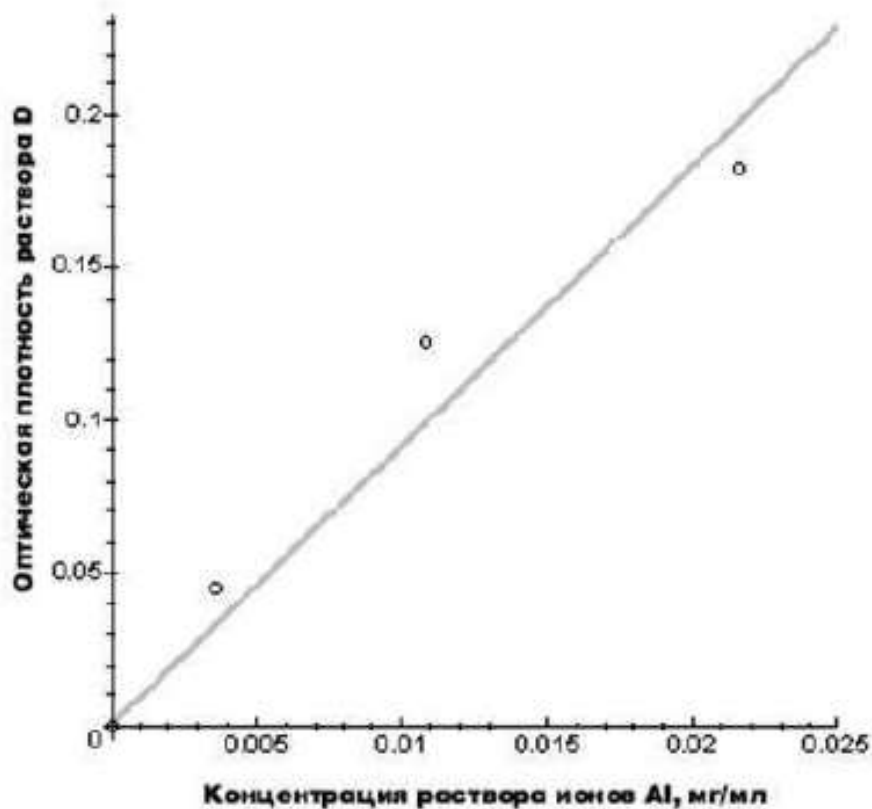
$c$ -концентрация поглощающего вещества, моль/л

$l$ -толщина поглощающего слоя, см

**Оптическая плотность растворов прямо пропорциональна концентрации поглощающего вещества и толщине поглощающего слоя.**



## Графическое выражение закона Бугера – Ламберта-Бера



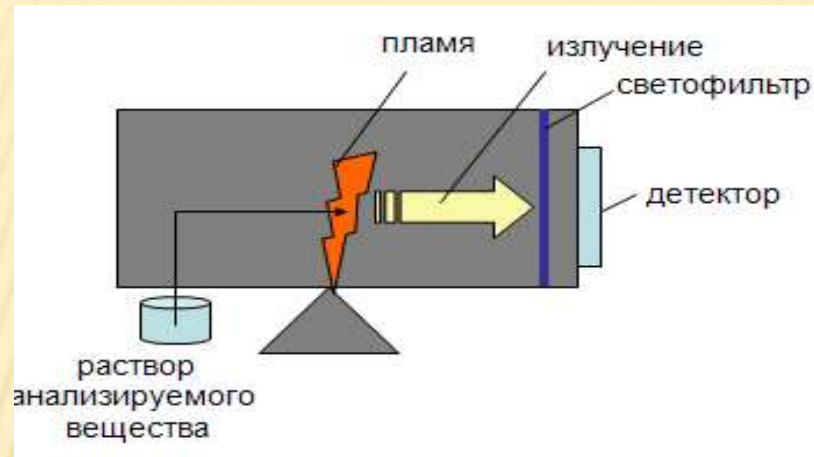
- Закон справедлив **только для монохроматического источника излучения** (для одной и постоянной длины волны).

- Линейная зависимость наблюдается **только в определенном интервале концентраций**.

- Для каждого вещества имеется ПДК, выше которой начинается отклонение от этого закона.

## ➤ лекция 2

# Атомно-эмиссионная и атомно-абсорбционная спектроскопия



### Процесс атомно-эмиссионного спектрального анализа

- Пробоподготовка
- Испарение анализируемой пробы
- Диссоциация — атомизация её молекул
- Возбуждение излучения атомов и ионов элементов пробы
- Разложение возбужденного излучения в спектр
- Регистрация спектра
- Идентификация спектральных линий — с целью установления элементного состава пробы (качественный анализ)
- Измерение интенсивности аналитических линий элементов пробы, подлежащих количественному определению
- Нахождение количественного содержания элементов с помощью установленных предварительно градуировочных зависимостей

**Атомизаторами** могут является:

❑ **Пламя** – достаточно невысокая температура  $t = 1500 - 3000$

определяемый элемент легко возбуждается (щелочные, щелочно-земельные элементы)

❑ **Дуга**  $t = 3000 - 7000$

возбуждается большинство элементов

❑ **Искра**  $t = 10000 - 12000$

возбуждаются все элементы

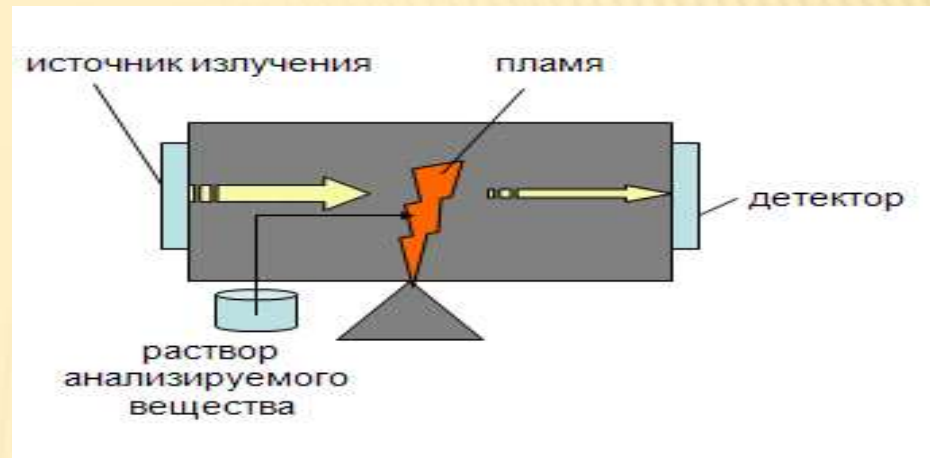
❑ **Плазма**  $t = 6000 - 10000$

определяются около 70 элементов

# Атомно-абсорбционная спектроскопия

Определение концентрации раствора

- методом градуировочного графика
- методом сравнения
- методом добавок



## Преимущества:

Очень чувствительный метод

Экспрессный метод

Точный метод

Можно определить до 80 элементов

## Недостатки

Для каждого элемента необходима своя лампа с полым катодом

Нельзя проводить качественный анализ, проводится только количественный

Необходимость перевода пробы в раствор требует времени и химических реактивов



## ➤ лекция 3

# Электрохимические методы анализа

### Электрохимические методы анализа (ЭХМА)

основаны на использовании процессов, которые протекают на поверхности электродов или в приэлектродном пространстве.

**Приборы электрохимических методов анализа содержат основные узлы:**

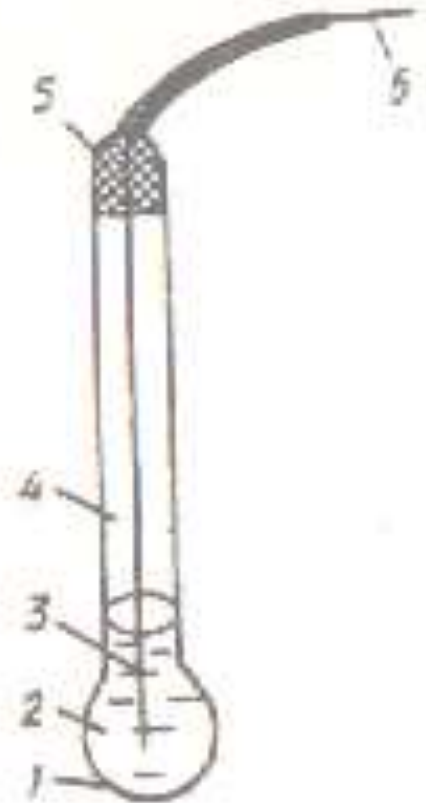
- электрохимическую ячейку
- устройство для измерения электрического параметра
- внешние металлические проводники



Электрохимические методы анализа можно классифицировать в зависимости от процессов, происходящих на электродах

- методы, не связанные с электродной реакцией, измеряемый сигнал является откликом на изменения электрохимических свойств в объеме раствора (**кондуктометрия**)
- методы, основанные на электродной реакции, в результате которой ток через границу раздела не протекает, и на границе раздела фаз устанавливается равновесный потенциал, величина которого зависит от активности (концентрации) компонентов, участвующих в электродной реакции (**потенциометрия**)
- методы, основанные на электродной реакции между электродом и приэлектродной частью раствора, в ходе которой электроны или ионы переходят через границу раздела фаз, обуславливая возникновение тока (**вольтамперометрия, амперометрия, кулонометрия, электрогравиметрия**)

## Стеклянный электрод для измерения pH



- 1** – стеклянная pH-чувствительная мембрана
- 2** – 0.1 М раствор HCl, насыщенный AgCl
- 3** – серебряная проволочка
- 4** – стеклянная трубка
- 5** – изоляция
- 6** – токоотвод

➤ лекция 4

## Люминесцентный метод

**Люминесценция** - излучение, представляющее собой избыток над тепловым излучением тела и продолжающееся в течение времени, значительно превышающего период световых колебаний

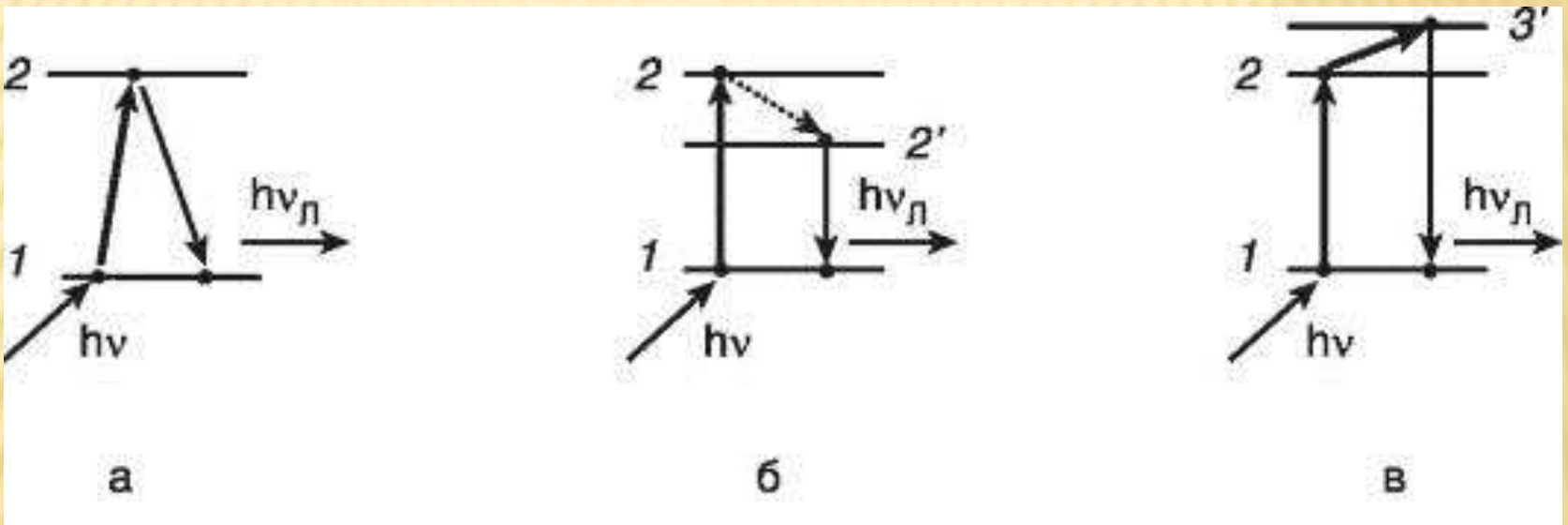
Различают следующие типы люминесценции:

- фотолюминесценция
- рентгенолюминесценция
- катодолюминесценция
- радиолюминесценция
- электролюминесценция
- хемилюминесценция
- биолюминесценция
- сонолюминесценция

По длительности остаточного свечения различают *флуоресценцию* и *фосфоресценцию*:

- *флуоресценция*
- *фосфоресценция*

## Механизмы фотолюминесценции



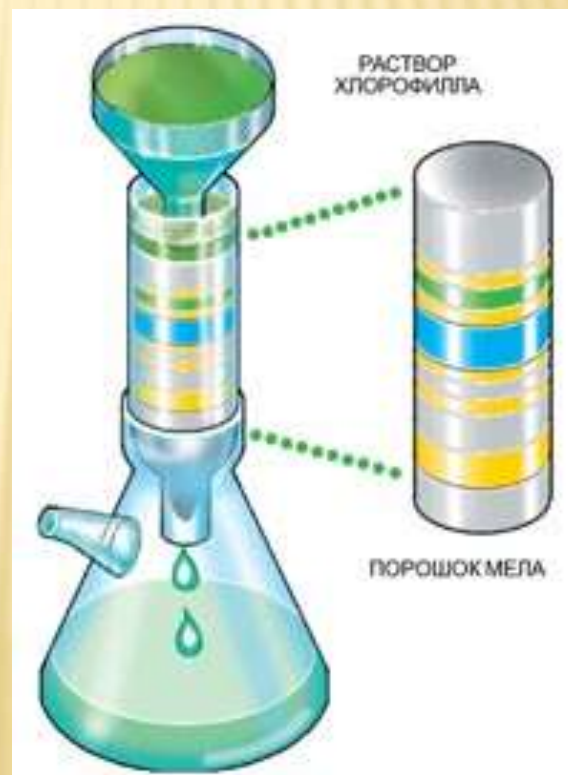
Виды люминесценции: резонансная (а), стоксова (б) и антистоксова (в)



## ➤ лекция 5

### Методы разделения и анализа веществ. Хроматография.

Хроматография – это физико-химический метод разделения и определения веществ, основанный на многократном повторении актов распределения компонентов между двумя фазами – подвижной и неподвижной



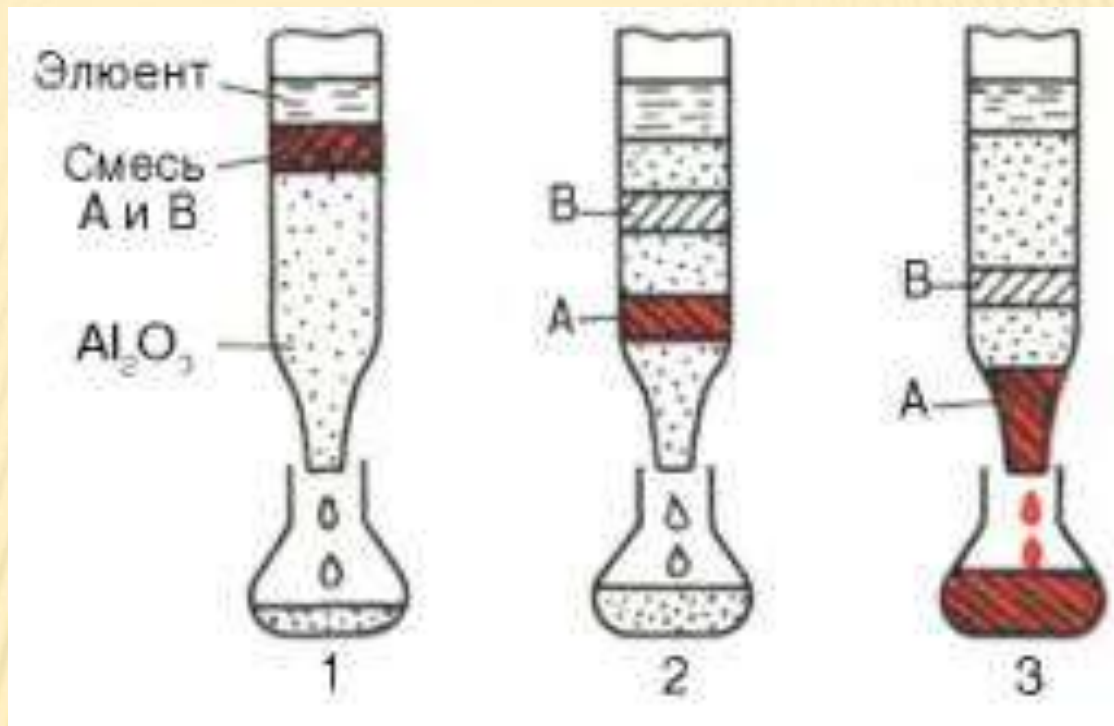
## Хроматографические методы классифицируются

- В зависимости от агрегатного состояния подвижной фазы **газовая и жидкостная**
- В зависимости от агрегатного состояния неподвижной фазы **адсорбционная, распределительная**

**Адсорбционная** – подвижной фазой является твердый сорбент  
**Распределительной** хроматографии неподвижной фазой является жидкость, но жидкость наносится на носитель

- В зависимости от агрегатного состояния обеих фаз различают
- **газо-адсорбционную**
  - **газо-жидкостную**
  - **жидкостно-адсорбционную**
  - **жидкостно-жидкостную или распределительная**

- В зависимости от размещения неподвижной фазы различают:
- **колоночная хроматография**
  - **плоскостная хроматография**



Абсорбционная хроматография Разделение двух разных веществ (А и В), перемещающихся по колонке с разной скоростью.

1 - нанесение образца на колонку; 2 - середина опыта; 3 - окончание опыта