





Физико-химический анализ

— **Физико-химические методы анализа**




Физико-химические методы анализа (ФХМА) основаны на зависимости физических свойств вещества от его природы, причем аналитический сигнал представляет собой величину физического свойства, функционально связанную с концентрацией или массой определяемого компонента. В отличие от химических методов анализа, где аналитическим сигналом служит масса вещества или его объем, в физико-химических методах анализа в качестве аналитического сигнала используют интенсивность излучения, силу тока, электропроводность, разность потенциалов и др. По сравнению с классическими химическими методами ФХМА отличаются меньшим пределом обнаружения, временем и трудоёмкостью. ФХМА позволяют проводить анализ на расстоянии, автоматизировать процесс анализа и выполнять его без разрушения образца (недеструктивный анализ).



Важное практическое значение имеют методы, основанные на исследовании испускания и поглощения электромагнитного излучения в различных областях спектра. К ним относятся спектроскопия, нефелометрия и турбидиметрия, фотометрия и др.

При выполнении физико-химических методов анализа используют специальную, иногда довольно сложную, измерительную аппаратуру, в связи с чем эти методы часто называют инструментальными.



Почти во всех физико-химических методах анализа применяют два основных приема: методы прямых измерений и титрования. В прямых методах используют зависимость аналитического сигнала от природы анализируемого вещества и его концентрации. Зависимость сигнала от природы вещества - основа качественного анализа. В количественном анализе используют зависимость интенсивности сигнала от концентрации вещества.

Чаще всего она имеет вид:

$$I = a + bc$$

где I - интенсивность сигнала, c - концентрация, a и b – постоянные.

В ряде физико-химических методов анализа данное уравнение установлено теоретически, например закон Бугера-Ламберта-Бера в фотометрическом анализе. Численные значения констант a и b определяют экспериментально с помощью следующих методов:

Метод градуировочного графика.

1) Метод градуировочного графика.
Измеряют интенсивность аналитического сигнала у нескольких стандартных образцов или стандартных растворов и строят градуировочный график в координатах $I = f(c)$ или $I = f(\lg c)$,
где c - концентрация компонента в стандартном р-ре или стандартном образце.
В тех же условиях измеряют интенсивность сигнала у анализируемой пробы и по градуировочному графику находят концентрацию.

Метод стандартных серий.

2) Метод стандартных серий применяют в тех случаях, когда уравнение связи

$I = bc$ соблюдается достаточно строго.

Измеряют аналитический сигнал у нескольких стандартных образцов или растворов и рассчитывают

$$b = I_{\text{ст}} / c_{\text{ст}}$$

В тех же условиях измеряют интенсивность сигнала у анализируемой пробы I_x и по соотношению

$$c_x = I_x / b \text{ или } c_x = c_{\text{ст}} I_x / I_{\text{ст}}$$

рассчитывают концентрацию.

Метод добавок.

3) Метод добавок. Измеряют интенсивность аналит. сигнала пробы I_x , а затем интенсивность сигнала пробы с известной добавкой стандартного раствора $I_{x+ст}$.

Концентрацию вещества в пробе рассчитывают по соотношению

$$c_x = c_{ст} I_x / (I_{x+ст} - I_x).$$

В методах титрования измеряют интенсивность аналитического сигнала I в зависимости от объема V добавленного титранта. По кривой титрования $I=f(V)$ находят точку эквивалентности и рассчитывают результат по обычным формулам титриметрического анализа.



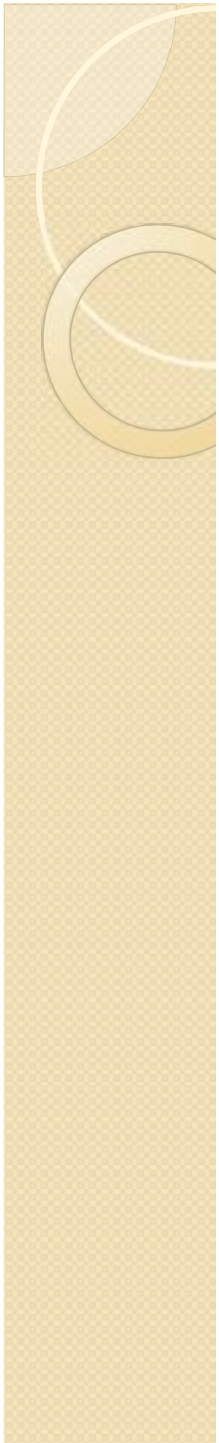
Рис. 1.4-49

Фотоэлектрический колориметр; оптическое разделение цвета на три зональные составляющие с помощью фильтров



Колориметрический метод анализа

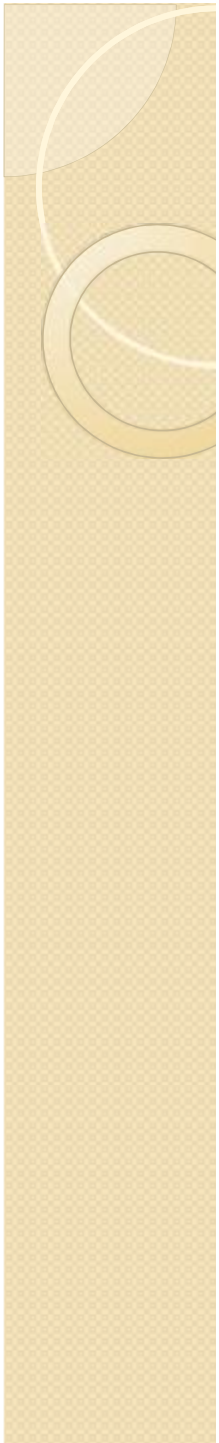
Колориметрический метод анализа – визуальный метод фотометрического анализа, основанный на установлении концентрации растворимого окрашенного соединения по интенсивности или оттенку его окраски. Чаще всего такое соединение образуется в результате взаимодействия определяемого компонента с подходящим реагентом. Это взаимодействие должно быть возможно более полным; необходимо также устранить влияние мешающих веществ. После завершения реакции цвет полученного раствора сравнивают с цветом серии стандартных растворов с известными концентрациями того же соединения.





Колориметрический метод анализа

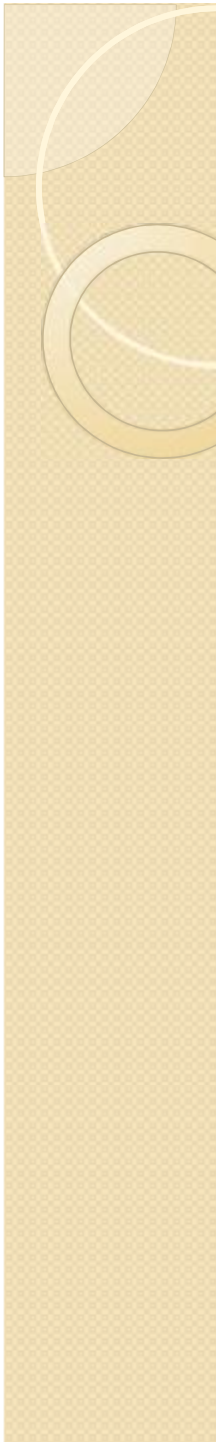
Часто пользуются визуальными колориметрами. В колориметрах погружения наблюдатель уравнивает окраски исследуемого и стандартного растворов, меняя толщину их слоев. Для этого растворы помещают в цилиндры с прозрачным дном, через которое проходит свет от источника; в них погружают монолитные стеклянные цилиндры, способные перемещаться в вертикальном направлении.





Колориметрический метод анализа

Поскольку, по закону Бэра, концентрация раствора обратно пропорциональна толщине его слоя, можно вычислить концентрацию окрашенного соединения в исследуемом растворе, зная его концентрацию в стандартном растворе. В визуальных колориметрах диафрагменного типа для уравнивания окрасок растворителя и исследуемого раствора их рассматривают через светофильтр и изменяют отверстие диафрагмы.



Колориметрический метод анализа

Количеств, анализ проводят по градуировочной кривой в координатах размер диафрагмы - концентрация вещества, построенной с помощью серии стандартных растворов для данного светофильтра и данной толщины слоя. Колориметрический анализ отличается простотой и быстротой проведения эксперимента, но по сравнению со спектрофотометрией не очень точен. Нижние границы определяемых концентраций варьируют от 10^{-3} до 10^{-8} моль/л.

