

Аналитическая химия

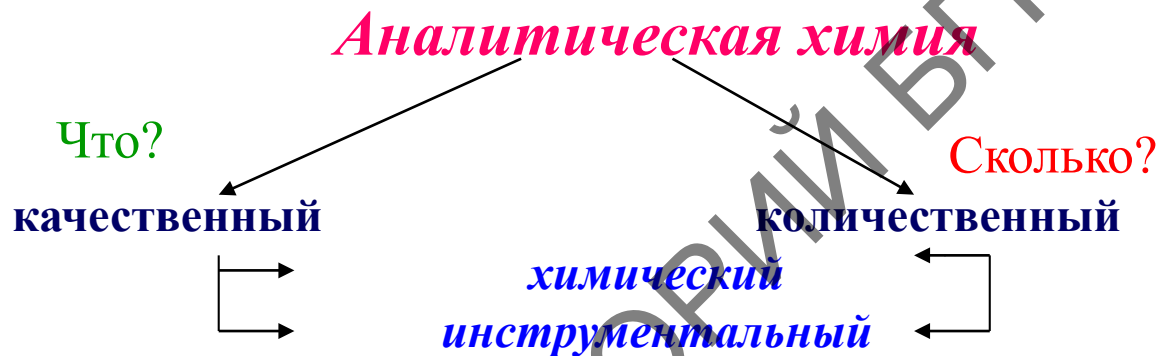
ЛЕКЦИЯ 2.

ПРОБООТБОР И ПРОБОПОДГОТОВКА

Доцент Козлова-Козыревская А.Л.

РЕПОЗИТОРИЙ БГПУ

Аналитическая химия - это наука о методах определения химического состава и структуры химических систем.



Предмет аналитической химии – совершенствование существующих и разработка новых методов анализа, их практическое применение, исследование теоретических основ аналитических методов.

Основная цель – обеспечить в зависимости от поставленной задачи точность, высокую чувствительность, экспрессность и (или) избирательность анализа.

Аналитический сигнал – сигнал, содержащий качественную и/или количественную информацию об анализируемом компоненте.

- *качественный анализ* служит для определения качественного химического состава и идентификации (установление идентичности с эталоном) веществ;

- *количественный анализ* служит для определения количественных соотношений между компонентами химической системы

Виды анализа

- - *элементный анализ* – это установление наличия и количественного содержания химических элементов в веществе, то есть нахождение его элементного состава;
- - *функциональный анализ* – это установление наличия и количественного содержания функциональных групп в молекулах органических соединений;
- - *молекулярный анализ* – это установление наличия и количественного содержания молекул индивидуальных химических соединений в веществе, смесях и материалах;
- - *фазовый анализ* – это анализ вещества на наличие в нем отдельных фаз, различающихся по своим химическим и физическим свойствам и отделенных друг от друга поверхностями раздела.

Вид анализа	Масса вещества, г	Объем раствора, мл
Макроанализ	0,1- 1,0	10 -50
Полумикроанализ	0,01 - 0,10	1 - 10
Микроанализ	0,001 - 0,010	0,1 - 0,5
Ультрамикроанализ	< 0,001 (до 10^{-6})	< 0,01

Основные этапы химического анализа

1. Пробоотбор - процедура отбора, консервации, транспортировки и хранения порции вещества, предназначенной для анализа.

Виды проб

а) Первичная (генеральная) проба отбирается на первом этапе от большой массы материала. Масса пробы может быть до 100 кг и более. Ее главным свойством является представительность (соответствие состава пробы среднему составу анализируемого образца). Первичная проба проходит измельчение (дробление, растирание) и перемешивание.

б) Лабораторная (паспортная) проба получается путем сокращения первичной пробы до массы, необходимой для выполнения анализов (1–2 кг). Проба шифруется и хранится в ОТК до полного расходования партии материала.

в) Аналитическая проба отбирается от лабораторной для проведения анализа путем взятия точной навески на аналитических весах. Масса пробы обычно до 1 г.

Основные этапы химического анализа

2. Пробоподготовка — совокупность действий над объектом анализа с целью превращения пробы в подходящую для последующего анализа форму, а также для концентрирования/разбавления аналита и избавления от мешающих анализу компонентов.

Основная задача пробоподготовки — подготовка вещества для определенного вида анализа

В каком агрегатном состоянии должна быть проба для анализа?

Нужно ли отделение мешающих компонентов?

Необходимо ли концентрирование/разбавление?

Нужно ли перевести анализируемый компонент в определенную форму?

3. Методы разделения и концентрирования:

дистилляция, выпаривание, осаждение,

экстракция, сорбция, хроматография

Основные этапы химического анализа

4. Проведение химического анализа

Титриметрические (волюметрические) методы - измерение объема раствора реактива известной концентрации, расходуемого для реакции с определяемым веществом.

Гравиметрические методы - измерение массы определяемого компонента, выделенного в виде веществ определённого состава.

Электроаналитические методы - основаны на электрохимических явлениях, происходящих в исследуемой среде или на границе раздела фаз.

Спектральные методы - основаны на взаимодействии анализируемого вещества с электромагнитным излучением.

Методы разделения основаны на разделении с последующим определением (хроматография, электрофорез)

Прочие методы

5. Обработка полученных результатов анализа, используя методы математической статистики.

Принципы и методы качественного химического анализа.

Химические реакции, при проведении которых наблюдается аналитический эффект (сигнал) называются **аналитическими химическими реакциями**. Они осуществляются с помощью аналитических реагентов (реактивов)

Аналитическая реакция

- должна протекать достаточно быстро

- быть практически необратимой.

Аналитические реакции делятся на реакции разделения (отделения) и обнаружения (открытия).

Реакции разделения служат для практически полного отделения одних веществ (ионов) от других.

Реакции обнаружения, которые сопровождаются внешним эффектом (образование осадка, изменение окраски, выделение газообразных продуктов), служат для доказательства наличия в растворе молекул веществ, ионов, функциональных групп в составе органических соединений и т. д.

Каждая аналитическая реакция характеризуется **чувствительностью или пределом обнаружения (ПО)**.

Для большинства аналитических реакций концентрационный ПО –

$$C_{\min} = 10^{-4} - 10^{-5} \text{ г/мл}$$

Аналитические реакции

Способ выполнения

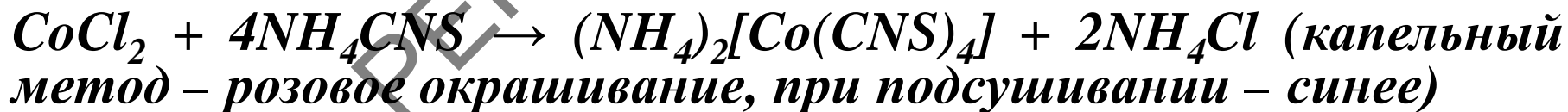
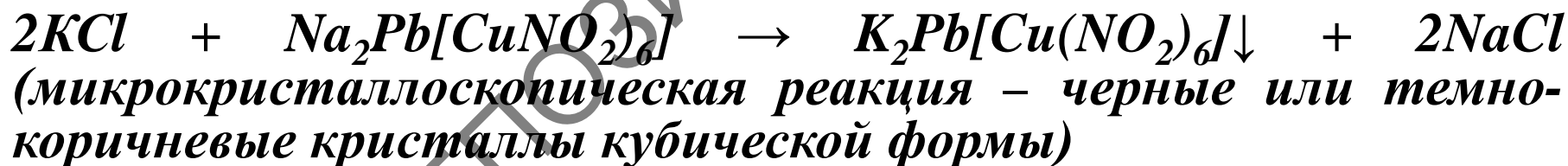
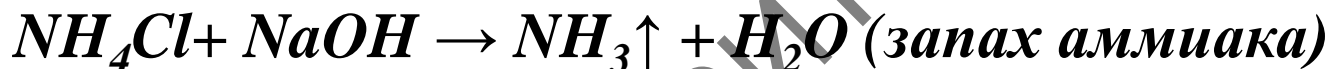
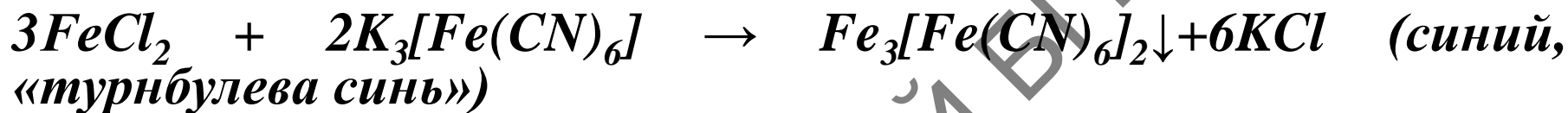
- 1. Пробирочный*
- 2. Микрориссталлоскопический*
- 3. Капельный*
- 4. В «замкнутой камере»*

Пути выполнения

- 1. «Мокрый» (реакции, происходящие в растворах)*
- 2. «Сухой» (используемое вещество подвергается обработке (нагреванию, растиранию) в твердом виде (окрашивание пламени, получение цветных стекол).*

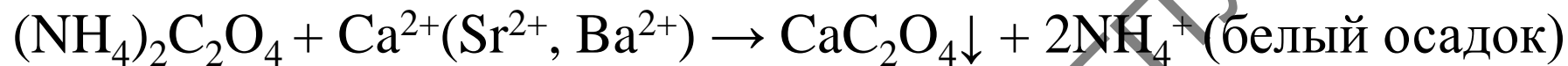
Аналитические реакции

1. Специфические – реакции, характерные только для одного иона или соединения



Аналитические реакции

2. Избирательные (селективные) – реакции, которые дают одинаковый или сходный эффект с несколькими ионами.



3. Реакции тождества - основаны на индивидуальных свойствах уже образовавшихся продуктов, например, на способности осадков растворяться в кислотах, щелочах .

Для повышения селективности:

1. Методы удаления мешающих ионов или их “маскировка”. Используют реакции осаждения, окисления-восстановления и комплексообразования.

2. Использование методов разделения, т.е. избирательного распределения компонентов анализируемой системы между двумя разделяющимися фазами. Наибольшее значение в практике анализа имеют осаждение, экстракция, хроматография и ионный обмен.

Систематический ход анализа

№ группы	Катионы	Название группы	Групповой реагент	Характеристика группы
I	Ag^+ , Pb^{2+} , $[\text{Hg}_2^{2+}]$	Хлоридная	2М HCl	Образование малорастворимых хлоридов
II	Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}	Сульфатная	2М H_2SO_4	Образование малорастворимых в воде и кислотах сульфатов
III	Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+}	Амфолитная	2М NaOH	Образование растворимых солей типа NaAlO_2 , Na_2ZnO_2 , NaCrO_2 , Na_2SnO_2
IV	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+}	Гидроксидная	2М NaOH	Образование малорастворимых гидроокисей
V	Cu^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+}	Аммиакатная	2М NH_4OH (избыток)	Образование растворимых комплексов аммиакатов —