

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ АВІАЦІЙНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
Факультет екологічної безпеки, інженерії та технологій
ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ ХІМІЧНОГО АНАЛІЗУ
КОНСПЕКТ ЛЕКЦІЙ

(ОПОРНИЙ КОНСПЕКТ ЛЕКЦІЙ)

Olena
[Дата]

Модуль №1 Електрохімічні методи аналізу (Потенціометрія, кондуктометрія, кулонометрія). Інфрачервона спектроскопія. Ультрафіолетова спектроскопія поглинання. Ядерний магнітний резонанс. Мас-спектроскопія

ПЛАН

1. Класифікація ФХМА основана на спільності теоретичних і практичних принципів одержання аналітичного сигналу.
2. Відбір і обробка проби. Одержання і обробка аналітичного сигналу.
3. Побудова калібрувального графіка і визначення результату аналізу в методі прямого (абсолютного) калібрування.
4. Метод відносного калібрування або метод внутрішнього стандарту
5. Визначення результату аналізу методом добавок.

Лекція 1.1. Вступ до курсу «Інструментальні методи хімічного аналізу». Предмет, задачі та теоретичні основи дисципліни

Зміст лекції

Місце дисципліни в системі підготовки фахівця з хімічної технології. Основні розділи та методи дисципліни, їх переваги та відмінність від класичних хімічних методів аналізу. Теоретичні основи дисципліни.

Ознайомлення з роботою приладів та обладнання лабораторії інструментальних методів аналізу. Правила техніки безпеки при роботі в хімічній лабораторії та з електроприладами. Правила оформлення результатів аналізу.

Лекція 1.2. Потенціометричне титрування. Визначення вмісту феруму (II) в солі Мора.

ПЛАН

1. Класифікація електродів. Аналітичний сигнал за механізмом виникнення потенціалу на електродах.
2. Потенціал I, II, III роду та потенціал індиферентного електрода, залежного від співвідношення активностей окисненої та відновленої форм.
3. Іонообмінні (мембранні, іоноселективні) електроди.
4. Вимоги до електродів.
5. Індикаторні електроди і електроди порівняння.

6. Визначення точки еквівалентності за методом потенціометрії. Потенціометричне титрування.
7. Вимірювання потенціалів. Пряма потенціометрія.
8. Криві потенціометричного титрування. Переваги методу.

Зміст лекції

Потенціометричний метод (методика визначення кількості речовини за значенням потенціалу електроду, зануреного в досліджуваній розчин). Залежність значення електрохімічного потенціалу від природи речовин, концентрації (активності) їх іонів у розчині та температури. Рівняння Нернста Аналітичний сигнал методу, його залежність від природи речовини та концентрації. Неможливість застосування потенціометричного методу для якісного аналізу. Лінійна залежність потенціалу електроду від логарифма концентрації (активності) аналізованої речовини. Метод прямої потенціометрії. Використання прямої потенціометрії.

Визначення точки еквівалентності за зміною потенціалу індикаторного електроду в процесі титрування визначуваної речовини стандартним розчином відповідного реагенту.

Можливість використання потенціометричного титрування для аналізу мутних і забарвлених розчинів, слабких і дуже слабких кислот та основ, суміші кислот та основ різної сили, солей, багатоосновних кислот. Переваги методу.

Лекція 1.3. Кондуктометричний метод аналізу Визначення вмісту сильної кислоти в розчині

ПЛАН

1. Кондуктометричні методи аналізу.
2. Електрична провідність (питома та еквівалентна). Залежність питомої та еквівалентної електричної провідності від концентрації електролітів.
3. Пряма кондуктометрія: аналіз бінарних розчинів, аналіз псевдобінарних розчинів, контроль чистоти розчинника.
4. Кондуктометричне та кислотно-основне титрування.
5. Криві кондуктометричного титрування сильної кислоти, кислоти середньої сили, слабкої кислоти, суміші сильної і слабкої кислоти.
6. Хронокондуктометричне титрування.

Зміст лекції

Грунтування методу (залежність електричної провідності розчинів електролітів від їх складу).

Електрична провідність. Носії зарядів в розчинах електролітів.

Залежність електричної провідності розчинів електролітів від розмірів, розташування електродів, температури, природи розчинника, властивостей іонів і їх концентрації. Питома електрична провідність.

Вимірювані параметри кондуктометричного методу аналізу, їх залежність від складу розчину електроліту: питома електричної провідності (κ) або електричної провідності (W). Залежність питомої та еквівалентної електричної провідності від властивості іонів та їх концентрації, температури і розчинника. Випадки проведення прямої кондуктометрії та переваги методу. Використання кондуктометричного титрування (побудова залежності електричної провідності розчину від об'єму титранта (кривої титрування) і визначення точки еквівалентності за зломом на кривій титрування.

Кислотно-основне титрування, метод осадження, комплексоутворення, окисно-відновне титрування.

Залежність точності кондуктометричного титрування від характеру зламу кривої титрування в точці еквівалентності.

Лекція 1.4. Кулонометричний метод аналізу. Визначення натрій тіосульфату титруванням електрогенерованим йодом

ПЛАН

1. Кулонометричні методи аналізу.
2. Закони електролізу.
3. Принципова схема кулонометричної установки.
4. Пряма потенціостатична кулонометрія.
5. Зміна сили струму при потенціостатичній кулонометрії.
6. Зміна потенціалу при амперостатичній кулонометрії.
7. Переваги кулонометричного титрування.

Зміст лекції

Метод кулонометричного титрування (вимірювання кількості електрики витраченої на електрохімічну реакцію). Закони електролізу (закони Фарадея) – основа методу. Аналітичний сигнал кулонометричного методу аналізу. Пряма і непряма кулонометрія (кулонометричне титрування). Умови використання та проведення аналізу.

Встановлення кінця електрохімічної реакції (електролізу) потенціометричним, амперометричним або індикаторним методом. Визначення чутливості методу. Переваги кулонометричного аналізу порівняно з іншими фізико-хімічними методами.

Лекція 1.5. Інфрачервона спектроскопія. Теорія методу. Квантова механічна модель молекул. Підготовка зразків. Ідентифікація та інтерпретація спектрів

ПЛАН

1. Області інфрачервоних спектрів.
2. Прилади, що використовуються в ІЧ спектроскопії.
3. Проведення якісного аналізу за інфрачервоними спектрами.
4. Характеристичні частоти. в інфрачервоних спектрах органічних сполук.
5. Ідентифікація речовин за спектрами.

Зміст лекції

Теоретичні основи методу інфрачервоної спектроскопії. Спектри багатьох класів органічних і неорганічних сполук. Пов'язані взаємодії. Запис інфрачервоних спектрів. Двопроменеві ІЧ спектрометри. ІЧ-Фур'є-спектроскопія: оптична схема, переваги. Положення, форма та інтенсивність інфрачервоних смуг поглинання.

Лекція 1.6. Ультрафіолетова спектроскопія поглинання. Електромагнітне випромінювання. Частота світла та його енергія. Електромагнітний спектр

ПЛАН

1. Суть методу ультрафіолетової спектроскопії.
2. Довжина хвилі, частота та швидкість світла: співвідношення між частотою і довжиною хвилі.
3. Частота світла та його енергія.
4. Електромагнітний спектр.
5. Основні кольорові області спектра.
6. Дифракційна ґратка та щілина, обертові диски.
7. Проходження світла через зразок до детектора

Зміст лекції

Частота світла та його енергія. Основні кольорові області спектра. Кольори видимого світла та їхні довжини хвиль. Схема проходження світла

через зразок до детектора. Принципова схема УФ – спектрометра. Теорія хімічного зв'язку. Спря-ження. УФ-видимий спектр поглинання. Додаткові кольори.

Лекція 1.7. Ядерний магнітний резонанс. Ядра карбону-13 як маленькі магніти. Розчинники для спектроскопії ЯМР. Особливості спектру ^1H -ЯМР. Інтерпретація спектру ^1H -ЯМР низької роздільної здатності.

ПЛАН

1. Суть та принципи роботи методу ЯМР.
2. Основні методи спостереження спектрів ЯМР.
3. Стационарний метод та імпульсну Фур'є-спектроскопії з реєстрацією спектрів ^{13}C -ЯМР і ^1H -ЯМР.
4. Принципова блок-схема спектрометра ЯМР з польовою розгорткою.
5. Форма сигналу поглинання при розгортці за частотою.
6. Реалізація умов магнітного резонансу.
7. Хімічний зсув. Типові хімічні зсуви у спектрах ^{13}C -ЯМР.

Зміст лекції

Принципи сучасної ЯМР і її деякі практичні аспекти. Ефект ядер карбону-13. Принципова блок-схема спектрометра ЯМР з польовою розгорткою. Форма сигналу поглинання при розгортці за частотою. Хімічний зсув. Типові хімічні зсуви у спектрах ^{13}C -ЯМР.

Лекція 1.8. Основний принцип роботи мас-спектрометра. Використання мас-спектрів для розпізнання сполук. Комп'ютерна розшифровка мас-спектрів. Використання мас-спектра для визначення молекулярної формули

ПЛАН

1. Суть та принцип роботи і принципова схема мас-спектрометрів.
2. Іонізаційна камера мас-спектрометра.
3. Мас-спектр одноатомних елементів.
4. Складання відносної атомної маси.
5. Явище фрагментації.
6. Використання моделей фрагментації.
7. Використання мас-спектрів для розпізнання сполук.
8. Комп'ютерна розшифровка та інтерпретація спектрів.

Зміст лекції

Принцип роботи і принципова схема масспектрометрів. Іонізаційна камера мас-спектрометра. Мас-спектр одноатомних елементів. Складання

відносної атомної маси. Явище фрагментації. Використання моделей фрагментації. Використання мас-спектрів для розпізнання сполук. Комп'ютерна розшифровка та інтерпретація спектрів.

Модуль №2 «Хроматографія. Спектральні оптичні методи аналізу»

Лекція 2.1. Газо-рідинна хроматографія. Визначення вмісту бензолу, толуолу, ксилолу, бутанолу, ацетону, ізоамілацетату та інших летких органічних речовин в промислових викидах та повітрі санітарно-захисної зони

ПЛАН

1. Суть методу газо-рідинної хроматографії. Основний принцип роботи мас-спектрометра.
2. Ручні способи обробки хроматографічних даних.
3. Визначення площі, ширини та висоти піку.
4. Види градуовальної залежності вихідного сигналу хроматографа від вхідного сигналу - концентрації або абсолютного вмісту речовини, яка визначається.
5. Метод внутрішньої нормалізації.
6. Вплив робочих параметрів хроматографа на проведення аналізу
7. Якісний аналіз сполук
8. Ідентифікація сполук за допомогою величин утримування.
9. Паперова хроматографія.

Зміст лекції

Метод газо-рідинної хроматографії – процес фізико-хімічного розділення компонентів рухомої фази при її русі вздовж нерухомої. Необхідні умови розділення компонентів і рух однієї фази вздовж іншої. Адсорбція. Рівняння Ленгмю-ра.

Залежність константи Генрі від властивостей речовини і адсорбента, питомої поверхні адсорбента і температури. Абсорбція (розподіл речовини між газовою і рідкою фазами). Йонний обмін.

Прилади, за допомогою яких виконується колоночне хроматографічне розділення сумішей і їх аналіз. Принципова схема та блоки газового хроматографа. Теоретичні основи хроматографічного розділення. Специфічність процесу хроматографічного розділення суміші. Завданням теорій хроматографічного розділення (встановлення законів руху компонентів аналізованої суміші в хроматографічній колонці і визначення факторів, які впливають на його ефективність). Теорія рівноважної газової хроматографії.

Розв'язок рівняння лінійної рівноважної хроматографії з врахуванням повздовжньої дифузії з коефіцієнтом дифузії D .

Лекція 2.2. Газо-рідинна хроматографія. Визначення вмісту органічних речовин в промислових стічних водах

ПЛАН

1. Газова хроматографія - один з найбільш перспективних фізико-хімічних методів аналізу.
2. Газова хроматографія - один з найбільш перспективних фізико-хімічних методів аналізу.
3. Колонкова хроматографія. Класифікація хроматографічних методів.
4. Газорідинна розподільна хроматографія.
5. Чіткість хроматографічного розділення компонентів. Вплив основних факторів на чіткість розділення.
6. Природа газу-носія. Швидкість потоку газу-носія. Температура колонки. Матеріал, розміри і форма колонок. Розмір проби.
7. Основні вузли та блок схема газового хроматографа.
8. Методи нанесення нерухомої рідкої фази: фільтраційний.
9. Щільність набивки колонки. Введення проби на аналіз.
10. Фізичні характеристики детектуючих пристроїв

Зміст лекції

Теорія тарілок – одна з перших теорій розмивання хроматографічного піка, запропонована Мартіном та Сінджем.

Ширина піка, виміряна як відстань між точками перетину дотичних в точках перегину з базовою лінією.

Графічне зображення рівняння Ван-Деемтера. Хроматограма та її характеристики. Параметри затримування компонента суміші. Розмір хроматографічного піка. Чіткість хроматографічного розділення компонентів. Вплив основних факторів на чіткість розділення. Природа газу-носія. Швидкість потоку газу-носія. Температура колонки. Матеріал, розміри і форма колонок. Розмір проби.

Лекція 2.3. Метод полум'яної фотометрії. Визначення вмісту лужних і лужноземельних елементів

ПЛАН

1. Області випромінювання електромагнітних коливань.

2. Суть методу калібрувального графіка.
3. Види спектрів випромінювання.
4. Емісійний спектральний аналіз.
5. Принцип дії, конструкція та схема спектрографа. Спектральні прилади. Полум'яні фотометри з інтерференційними світлофільтрами.
6. Структура і характеристика елементів спектральних приладів.
7. Схема полум'яного фотометра. Переваги та недоліки методу.

Зміст лекції

Метод калібрувального графіка. Кварцовий спектрограф ІСП-28, що призначений для отримання і фотографування емісійних спектрів в інтервалі 200 – 600 нм (ультрафіолетова та видима частина спектру). Принцип його дії, що полягає в розкладанні випромінювання досліджуваного зразку у спектр за допомогою кварцової призми (випромінювання утворюється збудженими атомами зразка, які переведені у стан атомарної пари дією електричної дуги чи іскри). Фіксація спектру на світлочутливій емульсії фотопластинки. Оптична схема приладу ІСП-28. Порядок фотографування спектрів.

Спектральні прилади, в яких джерелом збудження є газове полум'я (полум'яні фотометри). Особливості методу полум'яної фотометрії. Використання світлофільтрів, що дозволяє відмовитися від складної оптичної системи, спрощує конструкцію приладів і збільшує їх чутливість (найкращими є полум'яні фотометри з інтерференційними світлофільтрами).

Схема полум'яного фотометра. Переваги полум'яної фотометрії (простота і надійність конструкції приладу, можливість роботи у безперервному режимі і використання для безпосереднього аналізу розчинів). Недоліки методу (обмежена кількість елементів, які можна визначити і необхідність переведення аналізованого об'єкту у розчин).

Лекція 2.4. Колориметричний метод аналізу. Визначення фенолу з пірамідом (диметиламіноантипірином)

ПЛАН

1. Фотоелектрокалориметрія.
2. Ультрафіолетова спектрофотометрія.
3. Інфрачервона спектрофотометрія.
4. Формула Планка.
5. Довжина хвилі. Хвильове число. Інтенсивність.

6. Оптична схема фотоелектроколориметра КФК-2.
7. Вибір світлофільтрів. Вибір кювет.
8. Побудова калібрувального графіка для даної речовини.
9. Визначення концентрації речовини.

Зміст лекції

Вимірювання оптичної густини забарвлених розчинів, які екстрагують органічним розчинником.

Подвійна природа електромагнітного випромінювання. Закономірності розповсюдження, дифракції та інтерференції Випромінювання, описані хвильовою теорією, згідно з якою світло є електромагнітною хвилею. Закономірності випромінювання і поглинання (описуються квантовою теорією, яка розглядає випромінювання як потік матеріальних частинок – фотонів). Довжина хвилі. Хвильове число.

Зв'язок енергії фотона з хвильовими характеристиками електромагнітних коливань (дається формулою Планка).

Електромагнітне випромінювання, що характеризується потужністю потоку випромінювання (інтенсивність).

Лекція 5. Рефрактометричний метод аналізу.

ПЛАН

1. Характер фізичних досліджень молекулярних структур.
2. Рефрактометричний – найпоширеніший стандартизований експрес-метод.
3. Показник заломлення світла. Закон, що кількісно описує заломлення світла, встановлений Віллебрордом Снелліусом.
4. Принцип роботи рефрактометра.
5. Показник рефракції речовин. Поведінка променя на поверхні розділу між повітрям і склом.
6. Приклади структурного аналізу з молекулярної рефракції.
7. Співвідношення абсолютного і відносного показників заломлення повітря.
8. Явище дисперсії світла.
9. Рефрактометрія розчинів.

Зміст лекції

Показник заломлення світла. Рефрактометр. Показник рефракції речовин. Приклади структурного аналізу з молекулярної рефракції. Рефрактометрія розчинів.