

БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

**КАФЕДРА АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

ПРОГРАММА

ОБЩЕГО КУРСА

**«Физико-химические методы исследования»**

ДЛЯ СТУДЕНТОВ 3 КУРСА ХИМИЧЕСКОГО ФАКУЛЬТЕТА

СПЕЦИАЛЬНОСТИ: «ХИМИЧЕСКАЯ ЭКОЛОГИЯ»,  
«ХИМИЯ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ»

Лекций – 30 часов  
Семинарских занятий – 10 часов  
Лабораторных занятий – 52 часа  
Контроль самостоятельной работы – 10 часов

Составитель – профессор РАХМАНЬКО Е.М.

Утверждена Советом химического факультета

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2006г.

Председатель Совета химического факультета

\_\_\_\_\_ Паньков В.В.

Рассмотрена

на заседании кафедры аналитической  
химии «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2006 г.

протокол № \_\_\_\_\_

Зав. кафедрой \_\_\_\_\_ Рахманько Е.М.

Утверждена

на заседании методической комиссии  
химического факультета

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2006 г.

протокол № \_\_\_\_\_

Председатель методической  
комиссии \_\_\_\_\_ Воробьева Т.Н.

Минск 2006

## Лекционный курс

### Введение.

Современное состояние аналитической химии и роль физико-химических методов анализа в ней. Классификация физико-химических методов анализа. Задачи, решаемые с помощью физико-химических методов анализа, определяемые вещества, объекты анализа.

Перспективы развития физико-химических методов анализа.

### Электрохимические методы анализа.

#### Потенциометрия

Механизм и движущие силы возникновения скачка потенциала на межфазовой границе. Уравнение Нернста и его аналитическое значение.

Индикаторные (ионоселективные) электроды в потенциометрии и их классификация. Металлические электроды. Электроды на основе труднорастворимых осадков. Стеклообразные электроды.

Теория селективности ионоселективных электродов. Уравнение Никольского.

Жидкостные и пленочные ионоселективные электроды, электродноактивные вещества для них.

Ферментные и газовые сенсоры. Ионоселективные полевые транзисторы.

Электроды сравнения в потенциометрии.

Диффузионный потенциал.

Методы и приборы для измерения потенциала в потенциометрии. Прямопоказывающие потенциометрические концентраторы.

Количественные методы в потенциометрии.

Прямая потенциометрия. Виды и причины отклонений функционирования ионоселективных электродов от теоретического. Нижние и верхние пределы функционирования ионоселективных электродов. Ошибки определения в прямой потенциометрии, причины и приемы снижения. Метод добавок в потенциометрии.

Потенциометрическое титрование. Виды реакций, титранты, индикаторные электроды, определяемые вещества. Метод Грана.

Области применения потенциометрии, примеры: определение рН, щелочных, щелочно-земельных и тяжелых металлов, нитратов, галогенидов, металлокомплексных и органических ионов.

#### Вольтамперометрия

Полярография как одна из разновидностей вольтамперометрии. Схема полярографической установки. Вольтамперная кривая и характеристика ее составляющих (остаточный, миграционный, диффузионный и предельный диффузионный токи).

Уравнение Ильковича и его аналитическое значение.

Уравнение полярографической волны и его роль в полярографии.

Полярографический спектр. Факторы, влияющие на величину предельного диффузионного тока и на значение потенциала полуволны.

Полярографические максимумы и их использование в анализе.

Особенности полярографического исследования органических соединений.

Уравнение необратимой полярографической волны.

Типы электродов, применяемых в вольтамперометрии. Твердые микроэлектроды и их особенности.

Амперометрическое титрование, его сущность и практическое применение для определения веществ в различных объектах. Виды кривых титрования и их связь с химической и электрохимической реакциями.

### Электроанализ

Амперостатическая и гальваностатическая кулонометрия. Аналитические особенности метода. Кулонометрическое титрование и способы установления конечной точки титрования. Примеры аналитического использования электроанализа и кулонометрии для определения меди в цветных сплавах, микроколичеств тяжелых металлов и неустойчивых окислительно-восстановительных систем.

### Кондуктометрический анализ

Прямая кондуктометрия и кондуктометрическое титрование. Высокочастотное кондуктометрическое титрование. Применение кондуктометрии для детектирования в высокоэффективной жидкостной хроматографии и проточно-инжекционном анализе.

Сопоставление метрологических параметров электрохимических методов анализа.

### Оптические методы анализа. Общие вопросы

Эмиссия и абсорбция электромагнитного излучения веществом и классификация оптических методов анализа.

Спектры атомов. Основные и возбужденные электронные состояния атомов. Энергетические переходы и правило отбора. Законы испускания и поглощения электромагнитного излучения веществом. Характеристики спектральных линий: положение в спектре, интенсивность, полуширина.

Спектры молекул. Представление полной энергии молекул как суммы электронной, колебательной и вращательной. Особенности молекулярных спектров.

Применение атомарных и молекулярных спектров в аналитической химии.

Законы поглощения электромагнитного излучения и способы их выражения. Аналитическое применение закона Ламберта-Бугера-Бера. Величины, характеризующие излучение.

### Атомно-эмиссионный анализ

Источники атомизации и возбуждения: электрические разряды, пламена, плазма. Физические и химические процессы в источниках атомизации и возбуждения. Количественная зависимость между интенсивностью спектральных линий и концентрацией. Метод эмиссионной спектрометрии пламени. Аппаратура в атомно-эмиссионном анализе.

Примеры применения атомно-эмиссионного анализа для определения металлов первой и второй групп в различных объектах (биологических, медицинских и др.).

#### Атомно-абсорбционный анализ

Основы метода, способы получения поглощающего слоя атомов (использование различных типов атомизаторов, их характеристики). Способы монохроматизации лучистой энергии. Лампа с полым катодом.

Эффекты Лоренца и Допплера и их значение для атомно-абсорбционного анализа.

Зависимость между величиной сигнала и концентрацией элемента в пробе.

Сравнительная характеристика атомно-абсорбционного и атомно-эмиссионного анализа (точность, селективность, экспрессность).

Применение атомно-абсорбционного анализа для определения примесных элементов в различных объектах и анализ веществ высокой чистоты.

#### Молекулярно-абсорбционный анализ

Визуальная фотометрия и ее значение. Фотоэлектроколориметрия. Спектрофотометрия в видимой и УФ-области спектра.

Методы получения поглощающих сред. Применение реакций комплексообразования для получения окрашенных соединений. Органические реагенты в фотометрии.

Применение экстракции в фотометрии. Экстракционно-фотометрический анализ.

Требования к реакциям в фотометрическом анализе.

Фотометрическое титрование.

Дифференциальная фотометрия.

Области и примеры применения фотометрического анализа. Определение металлов и органических веществ в экологии, медицине, сельском хозяйстве, промышленности.

#### Флуоресцентный анализ

Общие принципы метода. Связь между интенсивностью флуоресценции и концентрацией определяемого вещества.

Спектры флуоресценции.

Примеры применения флуоресцентного метода анализа.

Рентгенофлуоресцентный анализ.

#### Хроматография. Общие вопросы

Принципы метода. Классификация хроматографических методов анализа.

Газовая хроматография. Устройство газо-хроматографической установки и принцип ее действия.

Детекторы в газовой хроматографии: катарометр, пламенно-ионизационный детектор, детектор электронного захвата.

Подвижные и неподвижные фазы в газовой хроматографии.

Тарелочная теория газожидкостной хроматографии. Уравнение Ван-Деемтера.

Природа аналитического сигнала в газовой хроматографии. Хроматограмма и методы ее обработки.

Качественная и количественная газовая хроматография. Метод нормировки. Метод внутреннего стандарта.

Определяемые вещества. Методы увеличения летучести веществ в газовой хроматографии.

Области и примеры применения метода.

Высокоэффективная жидкостная хроматография.

Схема хроматографической установки и принцип ее действия.

Детекторы в высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Выбор неподвижных и подвижных фаз.

Определяемые вещества, области и примеры применения.

Ионная хроматография. Основы метода. Детекторы в методе ионной хроматографии. Одно- и двух-колоночная ионная хроматография.

Определяемые вещества, объекты анализа.

### Программа семинарских занятий

Потенциометрия. Механизм и движущие силы возникновения скачка потенциала на границе раздела фаз. Сущность потенциометрии. Уравнение Нернста.

Электроды в потенциометрии, их классификация и характеристики.

Мембранные ионоселективные электроды, механизм возникновения потенциала.

Металлические электроды в потенциометрии. Особенности применения.

Стеклянные электроды. Устройство и принцип работы. Особенности эксплуатации.

Электродноактивные вещества в ионоселективных электродах и их классификация.

Электроды с двойной мембраной. Ионоселективные полевые транзисторы.

Влияние посторонних ионов на функционирование ионоселективных электродов. Уравнение Никольского. Коэффициенты селективности и способы их определения.

Прямая потенциометрия. Способы нахождения количества вещества с помощью прямой потенциометрии. Концентрационные пределы функционирования ионоселективных электродов.

Потенциометрическое титрование. Изменение активности потенциалопределяющего компонента и электродного потенциала в процессе

титрования. Способы определения точки эквивалентности на кривых титрования.

Достоинства и недостатки прямой потенциометрии и потенциометрического титрования и примеры их практического применения.

Полярография. Сущность вольтамперометрии. Полярография и процессы, протекающие на ртутном капельном электроде.

Схема полярографической установки. Получение вольтамперной кривой и ее составляющие.

Уравнение Ильковича и его применение в количественном полярографическом анализе.

Уравнение полярографической волны. Потенциал полуволны и способы его определения. Качественный полярографический анализ.

Полярографические максимумы, причины их возникновения, способы устранения и их применение для определения поверхностно-активных веществ.

Составляющие полярографического раствора (ион деполаризатор, фон, сульфит натрия, желатин) и их роль в проведении полярографического анализа.

Твердые микроэлектроды и их применение в вольтамперометрии. Преимущества и недостатки по сравнению с ртутным капельным электродом.

Полярографический анализ органических соединений и его особенности.

Разновидности полярографического анализа: дифференциальная и осциллографическая полярография.

Переменноточковая и инверсионная полярография.

Сущность амперометрического титрования. Типы кривых амперометрического титрования.

Способы установления концентрации вещества в анализе (метод градуировочного графика, метод добавок, метод стандартов).

Оптические методы анализа. Основные законы испускания и поглощения излучения веществом. Спектры эмиссии и поглощения.

Атомно-эмиссионный анализ. Сущность метода. Устройство и принцип работы приборов для атомно-эмиссионного анализа.

Методы атомизации веществ.

Процессы, протекающие в плазме.

Атомно-абсорбционный анализ. Сущность метода. Устройство и принцип работы приборов в атомно-абсорбционном анализе. Источники излучения.

Эффекты Доплера и Лоренца.

Сравнительная характеристика методов атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного анализа.

Молекулярно-абсорбционный анализ и его разновидности.

Методы получения поглощающих соединений из непоглощающих.

Флуоресцентный анализ.

Радиометрические методы анализа.

Хроматография. Сущность хроматографического процесса разделения.  
Разновидности и области применения газовой хроматографии.

Принципиальная схема газо-хроматографической установки. Основные узлы газового хроматографа, принципы их работы.

Характеристика подвижной и неподвижной фаз в газовой хроматографии и предъявляемые к ним требования.

Хроматограмма, хроматографический пик, его основные параметры.

Характеристика аналитических параметров газовой хроматографии. Уравнение Ван-Деемтера и следствия из него. Основные способы управления разделительной способностью хроматографической колонки.

Детекторы. Разновидности, устройство и принцип работы.

Параметры, характеризующие разделительную способность хроматографической колонки: степень разделения, число тарелок и высота, эквивалентная теоретической тарелке.

Качественный газо-хроматографический анализ.

Методы количественного газо-хроматографического анализа.

Капиллярная газовая хроматография.

Разновидности хроматографических методов анализа: гель-хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография, ионная хроматография. Сущность методов и практическое применение.

### Программа лабораторного практикума

- Работа 1. Анализ травильных растворов методом неводного потенциометрического титрования.
- Работа 2. Потенциометрическое определение иодид- и хлорид-ионов при совместном присутствии.
- Работа 3. Определение калия в почвах методом прямой потенциометрии.
- Работа 4. Определение фторида в растворах с использованием электрода на основе фторида лантана.
- Работа 5. Хроматометрическое определение железа в сплаве с использованием блока автоматического титрования БАТ-15.
- Работа 6. Нахождение коэффициентов селективности ионоселективного электрода на примере нитратного электрода.
- Работа 7. Полярографический анализ цветных сплавов.
- Работа 8. Газовая хроматография.
- Работа 9. Атомно-эмиссионный анализ доломита на содержание натрия и калия.
- Работа 10. Молекулярно-абсорбционный анализ черных сплавов на содержание железа.
- Работа 11. Фотометрическое определение хлоридов в биологических

объектах.

Работа 12. Атомно-абсорбционный анализ.

Работа 13. Спектрофотометрическое определение нафталина в дизельном топливе.

### Литература

1. Агасян П.К., Хамруков Т.К. Кулонометрический метод анализа. М.: Химия, 1984.
2. Агасян П.К., Николаева Е.Р. Основы электрохимических методов анализа: Потенциометрический метод. М.: Изд. МГУ. 1986.
3. Айвазов Б.В. Введение в хроматографию. М.: Высш. школа, 1983.
4. Брицке М.Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ. М.: Химия, 1982.
5. Бонд А.М. Полярографические методы в аналитической химии. М.: Химия, 1983.
6. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим и спектрофотометрическим методам анализа. 4-е изд. Л.: Химия, 1976.
7. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 ч. Ч. 2. Физико-химические методы анализа. М.: Высш. школа, 1989.
8. Зайдель А.Н. Атомно-флуоресцентный анализ. Л.: Химия, 1983.
9. Крешков А.П. Основы аналитической химии. В 3-х кн. Кн. 3. Физические и физико-химические (инструментальные) методы анализа. М.: Химия, 1977.
10. Практическое руководство по физико-химическим методам анализа. М.: Изд. МГУ, 1987.
11. Рейшахрит Л.С. Электрохимические методы анализа. Л.: Изд. ЛГУ, 1970.
12. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии. В 2-х т. М.: Мир, 1989.
13. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство (под ред. М.Алесковского) Л.: Химия, 1988.
14. Фритц Дж. Шенк Г. Количественный анализ. М.: Мир, 1978.
15. Юинг Г. Инструментальные методы анализа. М.: Мир, 1989.
16. Ляликов Ю.С. Физико-химические методы анализа. М.: Химия, 1974.
17. Основы аналитической химии (под ред. Ю.А.Золотова). В 2-х кн. М.: Высш. школа, 1996.
18. Драго Р. Физические методы в химии. В 2 т. М.: Мир, 1981.
19. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. Структурные методы и оптическая спектроскопия. М.: Высш. школа, 1987. 366 с.
20. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. Резонансные и электрооптические методы. М.: Высш. школа, 1989. 288 с.
21. Наканиси К. Инфракрасные спектры и строение органических молекул. М.: Мир, 1965. 216 с.



22. Иоффе Б.В., Костиков Р.Р., Разин В.В. Физические методы определения строения органических молекул. Л.: Изд. ЛГУ, 1976. 344 с.
23. Казицина Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ИК-, ЯМР- и масс-спектропии в органической химии. М.: Изд. МГУ, 1979. 240 с.
24. Фелдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. М.: Мир, 1989. 344 с.
25. Нефедов В.И. Рентгеноэлектронная спектроскопия химических соединений. М.: Химия, 1984. 256 с.