Дәріс № 1

Талдаудың физика-химиялық әдістерінің ерекшеліктері мен қолдану аймағы.

Дәрісте талқыланатын негізгі сұрақтар:

1. Талдауда негізгі ұғымдар мен анықтамалар.

2. Талдаудың физика-химиялық әдістерінде қолданылатын тәсілдер.

1. Талдаудың барлық эдістері аналитикалъщ сигнал немесе қарапайым сигнал деп аталатын заттардың физика-химиялық қасиеттерінің заттың табиғатына жэне оның анализденетін сынамадағы мөлшеріне байланысты тәуелділігін қолдануға негізделген. Химиялық талдаудың классикалық эдістерінде мұндай қасиет ретінде не тұнба массасы (гравиметриялық әдіс), не реакцияга кеткен реактив көлемі (титриметриялық талдау) қолданылады. Алайда, уақыт өте талдаудың химиялық эдістері тәжірибенің көптеген эртүрлі сұраныстарын, эсіресе, ғылыми- техникалық прогрестің нэтижелері ретінде өскен талаптарды жэне ғылым мен техниканың жаңа салаларын дамытуды қанағаттандыра алмады. Елдің өнеркәсіптік-энергетикалық потенциалына түсті жэне қара металлургиямен, машина жасаумен, энергетикамен, химиялық өнеркэсіппен жэне басқа да дәстүрлі салалармен қатар атом энергетикасы, ракета жасау мен ғарышты меңгеру, жартылай өткізгіш өнеркэсібінің, электрониканың дамуы, техникада таза жэне аса таза заттардың кең қолданысы маңызды мэнге ие бола бастады. Осы жэне басқа да салалардың дамуы аналитикалық химияның алдына анықтау шегін 10'5 - ІО'10 %-ға дейін төмендету міндетін қойды. «Тыйым салынған» деп аталатын қоспалардың мөлшері 10"5%-дан аспағанда ғана ыстыққа төзімді құймалар өздерінің қасиеттерін сақтайды.

2. Талдау дың физика-химиялық эдістерінің тобында физикалық эдістерді ажыратады. Бірақ бүл үшін қатаң жэне бірыңғай критерий жоқ, сондықтан физикалық әдістердің бөлінуінің принципиалды мәні болмайды.

Талдаудың физика-химиялық әдістерінің жалпы саны едэуір көп - ол бірнеше ондықты құрайды. Олардың ішінде:

1) спектралды жэне басқа оптикалық әдістерінің;

2) электрохимиялық әдістерінің;

3) талдаудың хроматографиялық эдістерінің тәжірибелік мэні көбірек болып келеді.

Келтірілген үш топтың ішінде эдістердің саны бойынша ауқымды және тәжірибелік мэні бойынша маңыздысы - талдаудың спектралды жэне басқа оптикалық әдістердің тобы. Оған зат пен электромагнитті сәулелену эрекеттескен кезде пайда болатын эртүрлі эффектерді өлшеуге негізделген эмиссионды-атомды спектроскопия, атомды-абсорбциялық спектроскопия, инфрақызыл спектроскопия, спектрофотометрия, люминесценция жэне басқа әдістер кіреді.

Электрлік өткізгіштік, потенциал жэне басқа қасиеттерді өлшеуге негізделген талдаудың электрохимиялық эдістерінің тобына кондуктометрия, потенциометрия, вольтамперометрия эдістері жэне т.б., ал хроматографиялық эдістердің тобына газдық жэне сұйықтық хроматография, сұйык таралу, жұқа қабатты, ион-алмасу жэне басқа хроматография түрлері жатады. Топтардың тізімі толық емес, себебі мұнда көптеген эдістер кірмеген (радиометриялық, масс-спектралды жэне т.б.). бұл эдістер бөлек қарастырылатындықтан, оларды екінші дәрежелі белгі ретінде есептеуге болмайды.

Талдаудың барлық физика-химиялық эдістерінде екі негізгі әдістемелік тәсілдер: тура өлшеу эдісі және титрлеу эдісі (жанама өлшеу әдісі) қолданылады.

**Тура әдістер**. Бұл әдістерде аналитикалық сигналдың зерттелетін табиғаты жэне оның концентрациясына тэуелділігі қолданылады.

Заттың табиғатына байланысты қасиеті, мысалы, эмиссионды-спектроскопияда спектралды сызықтардың толқын ұзындықтары, полярографияда жартылай толқынның потенциалы болып табылады, ал сандық сипаттамасы сигналдың қарқындылығы - бірінші жағдайда спектралды сызықтардың қарқындылығы, екінші жағдайда диффузиялық токтың күші болып келеді. Кейбір әдістерде аналитикалық сигналдың заттың табиғатымен байланысы қатаң теориялық түрде орнатылған. Мысалы, негізгі константаларды (Планк тұрақтысы, электрон заряды жэне т.б.) қолдана отырып, теориялық шығарылған тәуелділіктер бойынша сутегі атомының спектріндегі сызықтарды есептеуге болады. Сапалық жэне сандық сипаттамалардың байланысы 1.1-суретте келтірілген. Абсцисса осі бойынша біртекті сипаттамалар Р, мысалы, спектралды сызықтардың толқын ұзындықтары өсу реті бойынша орналасады, ал ордината осі бойынша аналитикалық сигналдың қарқындылығы I орналасады. Сапалық талдау кезінде сигналды, мысалы, сынама спектрінде күтілетін толқын ұзындықтарының қайсысы шығатынын бақылайды, ал сандық талдау кезінде сигналдың қарқындылығын өлшейді. Сөйтіп, аналитикалық сигнал - бұл анықталатын компоненттің құрамымен функционалды байланысты шама. Аналитикалық сигналдың немесе оның түрлендірілген шамасының анықталатын компоненттің құрамына тэуелділігін градуирлік сипаттама деп атайды. Ол график, формулалар немесе кестелер түрінде келтірілуі мүмкін. Берілген мөлшердегі градуирлік функцияның бірінші туындысының мэнін сезімталдық коэффициент! немесе сезімталдық деп атап, S әрпімен белгілейді.

Аналитикалық сигналдың қарқындылығының I зат концентрациясымен байланысы эртүрлі сипатқа ие. Бұл тэуелділік жиі қарапайым сызықты қатынаспен өрнектеледі:

 I = A · c, (1-1)

мүнда, А - константа; с - концентрация.

Аналитикалық тәжірибеде физика-химиялық өлшеулер көмегімен тікелей сандық анықтаудың: 1) градуирлік график әдісі; 2) молярлық қасиет эдісі; 3) қосу эдісі кеңірек та^алған. Осылардың барлығы стандартты үлгілерді немесе стандартты ерітінділерді қолдануга негізделген.

**Калибрлеу әдісі**. Бұл әдісте бірнеше стандартты үлгілердің немесе бірнеше стандартты ерітінділердің аналитикалық сигналының қарқындылығы I өлшеніп, әдетте, / = f(c) координаттарында градуирлеу график тұрғызылады, мүнда, с - стандартты үлгідегі немесе стандартты ерітіндідегі анықталатын компоненттің концентрациясы. Содан кейін осындай жағдайларда зерттелетін сынама сигналының қарқындылығы өлшеніп, график бойынша зерттелетін заттың концентрациясы табылады. Градуирлеу графикте концентрациялардың аралығы зерттелетін концентрациялардың болжанатын аймағын қамтуы қажет, ол стандартты үлгінің немесе ерітіндінің қүрамына жақын болуы қажет.