

ΑΝΑΛΥΤΙΚΑ ΟΡΓΑΝΑ

Ισχυρά και περίτεχνα εργαλεία για τη συλλογή ποιοτικών και ποσοτικών πληροφοριών σχετικά με τη σύσταση και τη δομή της ύλης

(φυσικοί, μηχανικοί, βιολόγοι, χημικοί, γιατροί)

- Κατανόηση βασικών αρχών λειτουργίας των οργάνων μέτρησης -->
→ ορθή επιλογή και αποδοτική χρήση
- χρήστης : πιθανές πηγές σφαλμάτων που συνοδεύουν τις φυσικές μετρήσεις
περιορισμοί ως προς την ευαισθησία
επαναληψιμότητα, ακρίβεια

εισαγωγή στις αρχές των φασματοσκοπικών, ηλεκτροχημικών και χρωματογραφικών μεθόδων ανάλυσης

σκοπός: είδη διαθέσιμων οργάνων, δυνατότητες, αδυναμίες τους.

ΟΡΓΑΝΩΣΗ

- Βασικές αρχές ηλεκτρονικών κυκλωμάτων (τελεστικοί ενισχυτές, θόρυβος, data analysis, μέτρα αξιολόγησης)
ανάπτυξη ηγεμονικών βιμάτων
- Ατομική Φασματοσκοπία (οπτική απορρόφηση, εκπομπή, φασματομετρία μαζών, ακτίνων -X)
- Μοριακή Φασματοσκοπία (φασματομετρίες υπερύθρου, Raman, NMR)
- Ηλεκτροαναλυτικές χημικές τεχνικές
- Χρωματογραφία
- Θερμικές μέθοδοι
- *Θερμομετρία*
- *τεχνική κενού*
- *παραγωγή μηχανικών πωδίων*
- *προεταεία ειδικών οργάνων ως εργαλεία και Η/Μ θέρ*
- * *ψαθυριακές αββίαις*

ΠΙΝΑΚΑΣ 1-1 Χημικές και φυσικές ιδιότητες που αξιοποιούνται στις ενόργανες μεθόδους

Χαρακτηριστικές ιδιότητες	Ενόργανες μέθοδοι
Εκπομπή ακτινοβολίας	Φασματοσκοπία εκπομπής (ακτίνων X, υπεριώδους, ορατού, ηλεκτρονιακή, Auger), φθορισμός, φωσφορισμός και φωταύγεια (ακτίνων X, υπεριώδους και ορατού)
Απορρόφηση ακτινοβολίας	Φασματοφωτομετρία και φωτομετρία (ακτίνων X, υπεριώδους, ορατού, υπερύθρου), φωτοακουστική φασματομετρία, φασματομετρίες πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού και συντονισμού ηλεκτρονιακού spin
Σκέδαση ακτινοβολίας	Θολωσιμετρία, νεφελομετρία, φασματοσκοπία Raman
Διάθλαση ακτινοβολίας	Διαθλασιμετρία, συμβολομετρία
Περίθλαση ακτινοβολίας	Μέθοδοι περίθλασης ακτίνων X και ηλεκτρονίων
Στροφή ακτινοβολίας	Πολωσιμετρία, οπτική στροφική διασπορά, κυκλικός διχρωισμός
Ηλεκτρικό δυναμικό	Ποτενσιομετρία, χρονοποτενσιομετρία
Ηλεκτρικό φορτίο	Κουλομετρία
Ηλεκτρικό ρεύμα	Αμπερομετρία, πολαρογραφία
Ηλεκτρική αντίσταση	Αγωγιμομετρία
Μάζα	Βαρυμετρία (μικροζυγός κρυστάλλου χαλαζία)
Λόγος μάζας-προς-φορτίο	Φασματομετρία μαζών
Ταχύτητα αντίδρασης	Κινητικές μέθοδοι
Θερμικά χαρακτηριστικά	Θερμική βαρυμετρία και πηλομετρία, διαφορική θερμιδομετρία σάρωσης, διαφορικές θερμικές αναλύσεις, μέθοδοι θερμικής αγωγιμότητας
Ραδιενέργεια	Μέθοδοι ενεργοποίησης και ισοτοπικής αραίωσης

Θεωρητικό υπόβαθρο :

1. για την μετρούμενη φυσική / χημική ποσότητα
2. πρόγνωση φυσικής ποσότητας
3. σχεδιασμός συσκευής και φύση της ανάλυσης
4. επεξεργασία βήματος και σχέση μεταξύ αποτελέσματος και μετρούμενης ιδιότητας.

Εργαστήριο

1. λειτουργία συσκευής
2. μετρήσεις εντός κλίμακας
3. παραδείγματα ανάλυσης

* Κατάταξη Αναλυτικών μεθόδων : ποιοτικές : (παρουσία αναλύτη στο βήμα)
ποσοτικές : (το αποτέλεσμα είναι ανάλογο της συγκέντρωσης του αναλύτη).

* προεργασία : χημική εκχύλιση, απόσταξη, διαχωρισμός, ιζηματοποίηση δείγματος

ΚΛΑΣΣΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

ποιοτική : ταυτοποίηση από το χρώμα, ενδείκτες, βήμα φρασμού, σημ.

ποσοτική : μάζα, όγκος

ΕΝΟΡΓΑΝΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

χρωματογραφία, ταυτοποίηση με μικρές φυσικής ιδιότητας (φαρμακολογία)

μετρήση ποσότητας και καθορισμός της σχέσης μεταξύ μέτρησης και συγκέντρωσης του αναλύτη.

(συνήθως χρησιμοποιείται η ίδια μέθοδος για ποσοτική και ποιοτική ανάλυση).

ΦΥΣΗ και ΒΑΣΙΚΗ ΑΡΧΗ των ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ

Τα χαρακτηριστικά στάδια κάθε τύπου μετρήσεως με τη βοήθεια μίας ηλεκτρονικής διατάξεως είναι τα ακόλουθα :

1. **Παραγωγή σήματος**
η μετρούμενη ποσότητα μπορεί να προϋπάρχει ή να παράγεται έμμεσα κατόπιν αλληλεπιδράσεως μιας άλλης ποσότητας στο μετρούμενο σύστημα (π.χ ατομική εκπομπή με θερμική ενέργεια)
2. **Ανίχνευση** ή **μετάλλαξη** του σήματος προς μια ηλεκτρική ποσότητα.
Ο μεταλλάκτης θα αναλάβει την κωδικοποίηση της μετρούμενης ποσότητας σε ποσότητα ηλεκτρικής περιοχής. Η επιλογή του μεταλλάκτη θα εξαρτηθεί από τον απαιτούμενο βαθμό εκλεκτικότητας, ευαισθησίας και ταχύτητας αποκρίσεως.
3. **Ενίσχυση του παραγόμενου ηλεκτρικού σήματος.**
το αντιπροσωπευτικό της μετρούμενης ποσότητας ηλεκτρικό σήμα στην έξοδο του μεταλλάκτη σπάνια έχει την απαραίτητη τιμή → ενίσχυση (μεγαλύτερη δυνατή μείωση θορύβου)
4. **Επεξεργασία** ή τροποποίηση (processing, modification)
Επεξεργασία του σήματος ώστε να παρουσιαστεί σε καταλληλότερη μορφή (απαλλαγή απο θορύβους, η προσθαφαίρεση σταθερών ποσοτήτων για να γίνουν αντιληπτές μικροδιακυμάνσεις, παραγωγή, λογαρίθμηση.).
5. **Παρουσίαση (display)**
παρουσιάζεται το τελικό αποτέλεσμα αναλογικά ή ψηφιακά.

αποθήκευση (storage) σήματος ως αλληλουχία διάκριτων σημείων στη μνήμη υπολογιστή
αναπαραγωγή του σήματος για περαιτέρω επεξεργασία, σύγκριση, ανάλυση.

Η διαδικασία της μέτρησης δεν πρέπει να επιδρά στην τιμή της μετρούμενης ποσότητας ή στον τρόπο μεταβολής της

(π.χ. ταχύτητα χημικής αντίδρασης παρακολουθείτε ποτενσιομετρικά με ηλεκτρόδιο λευκόχρυσου χωρίς να λαμβάνεται υπόψη η κατάλυση της αντίδρασης λόγω Pt)

Φαινόμενα στα οποία βασίζονται οι ενόργανες μέθοδοι είναι γνωστά - η αξιοποίησή τους καθυστέρησε επειδή δεν υπήρχε αξιόπιστη και απλή οργανολογία.

→ η ανάπτυξη των σύγχρονων ενόργανων μεθόδων ακολούθησε παράλληλα την ανάπτυξη των ηλεκτρονικών συσκευών και υπολογιστών.

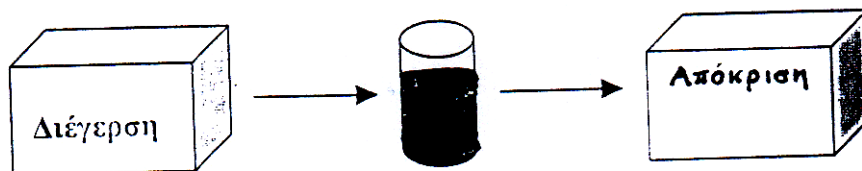
ΟΡΓΑΝΟ ΑΝΑΛΥΣΗΣ = μετατρέπει την *ιδιότητα* που κρύβεται στα φυσικά ή χημικά χαρακτηριστικά του αναλυτή σε *πληροφορία* την οποία χειριζόμαστε και ερμηνεύουμε.

→ μέσο επικοινωνίας μεταξύ εξεταζόμενου συστήματος και ερευνητή

για την παραγωγή της επιθυμητής πληροφορίας από τον αναλυτή είναι απαραίτητη μια *διέγερση* - ερέθισμα.

Πηγή ενέργειας για την διέγερση και να παράγει ένα μετρήσιμο σήμα **απόκρισης**

(H/M, ηλεκτρική, μηχανική, πυρηνική, θερμοκρασία...)
π.χ ατομική εκπομπή → αύξηση T → διέγερση ατόμων → αποδιέγερση, εκπομπή H/M ακτινοβολίας = η μετρούμενη από το όργανο ποσότητα



πηγή ενέργειας εξεταζόμενο σύστημα αναλυτική πληροφορία

σχηματική παρουσίαση της γενικής διαδικασίας μίας ενόργανης μέτρησης

ΣΥΣΤΗΜΑΤΑ - ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ - ΜΟΝΑΔΕΣ

Σύστημα (system) σύνολο διαφόρων μονάδων και εξαρτημάτων που με κατάλληλη φυσική τοποθέτηση επιτρέπουν τη μέτρηση ή τον έλεγχο διαφόρων φυσικών ή χημικών ποσοτήτων

Διάταξη (configuration) είναι η συγκεκριμένη φυσική τοποθέτηση και σύνδεση των μονάδων ενός συστήματος

Μονάδα (unit) είναι το δομικό τμήμα μιας διατάξεως, που εκτελεί μια συγκεκριμένη λειτουργία, απαραίτητη για τη συνολική λειτουργία της διατάξεως και χαρακτηρίζεται από συγκεκριμένες ιδιότητες

ΣΥΝΔΕΣΗ ΜΟΝΑΔΩΝ - ΤΜΗΜΑΤΙΚΑ ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ

- Σύνδεση μονάδων σε μια διάταξη : ώστε να επιτρέπεται η ροή
1. πληροφορίας ή ο συντονισμός των λειτουργιών με τη μέγιστη δυνατή
 2. απόδοση και ελάχιστη παραμόρφωση

σύνδεση (*connection*) ή ζεύξη (*-coupling*) : ηλεκτρική, θερμική, μηχανική, επαγωγική κλπ.

↘ Μονάδες μαύρα κουτιά : γνωστές ιδιότητες, χαρακτηριστικά λειτουργίας, εσωτερική δομή άγνωστη ή αδιάφορη

↘ block diagram : παραστατικό διάγραμμα με πληροφορίες για το ποιές μονάδες απαρτίζουν την διάταξη, την αλληλουχία τους και την μεταξύ τους σύνδεση

ΣΗΜΑ - ΚΩΔΙΚΟΠΟΙΗΣΗ

Σήμα (signal) είναι η φυσική, χημική, ή ηλεκτρική ποσότητα με τη μορφή της οποίας μεταβιβάζεται η πληροφορία από μονάδα σε μονάδα

Κωδικοποίηση (encoding) είναι η διαδικασία μετατροπής της πληροφορίας από το ένα σύστημα στο άλλο.

