

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«МУРМАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра химии

**Методические указания  
к самостоятельной работе  
и написанию реферата**

Дисциплина Б1.В.02.ДВ.02.02 Методы разделения и концентрирования  
код и наименование дисциплины

Направление подготовки 04.04.01 Химия  
код и наименование направления подготовки / специальности

Направленность / специализация Физическая и коллоидная химия  
наименование направленности (профиля) / специализации образовательной программы

Квалификация  
выпускника Магистр  
указывается квалификация (степень) выпускника в соответствии с ФГОС ВО

Кафедра-разработчик Химия  
название кафедры-разработчика рабочей программы

Составитель – Деркач Светлана Ростиславовна доктор химических наук профессор

Методические указания к самостоятельной работе рассмотрены и одобрены на заседании кафедры-разработчика

Химия

название кафедры

24.06.2019 протокол № 12.

## ОБЩИЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

### **Цель изучения дисциплины:**

подготовка магистров в соответствии с квалификационной характеристикой магистра и учебным планом направления подготовки 04.04.01 Химия профиль «Физическая и коллоидная химия».

### **Задачи дисциплины:**

сформировать у обучающихся необходимые знания о традиционных и новейших методах разделения и концентрирования, позволяющих успешно использовать их в профессиональной деятельности.

### **В результате изучения дисциплины магистр должен:**

#### ***Знать:***

- физико-химические основы методов (т.е. за счет чего происходит разделение и концентрирование), их достоинства и недостатки;
- способы реализации метода и конкретные примеры;
- специфические особенности рассматриваемых способов разделения и концентрирования и достигаемые в них метрологические показатели.

#### ***Уметь:***

- проводить сравнительный анализ различных методов

#### ***Владеть:***

- теоретическими основами различных классов методов разделения и концентрирования, в том числе методов, основанных на образовании новой фазы и на различии в межфазном распределении, методов внутрифазового распределения;
- навыками выбора областей и объектов анализа, для которых эти методы могут быть использованы

### **Содержание разделов дисциплины:**

Экстракционное разделение и концентрирование, электрохимические методы концентрирования, сорбционные методы, хроматография, методы концентрирования на основе образования новой фазы.

### ***Реализуемые компетенции:***

ПК-1-н; ПК-3-н

### ***Формы промежуточной аттестации:***

Очная форма обучения: Курс 1, Семестр 1 – экзамен

## Планируемые результаты обучения

Код и содержание компетенции	Степень реализации компетенции	Этапы формирования компетенции; Индикаторы сформированности компетенций в реализуемой части
ПК-1-н. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной	Компетенция реализуется частично в части «Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной	<b><i>Знать:</i></b> – теоретические основы методов разделения и концентрирования при решении профессиональных задач – основные принципы работы приборов, используемых для разделения и концентрирования <b><i>Уметь:</i></b> – самостоятельно выбирать метод разделения или концентрирования для решения конкретной

<p>области химии, химической технологии или смежных с химией науках</p>	<p>области химии» - аналитической химии</p>	<p>аналитической задачи          – налаживать, настраивать и осуществлять проверку аналитического оборудования  <b>Владеть:</b>          – навыками использования различных методов разделения и концентрирования;          – навыками обработки результатов экспериментов          – навыками практической работы и техникой безопасности в аналитической лаборатории  <b>Индикаторы сформированности компетенций в реализуемой части:</b>  <b>ПК-1-н-1.</b> Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий  <b>ПК-1-н-2.</b> Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов</p>
<p><b>ПК-3-н.</b> Способен на основе критического анализа результатов НИР и НИОКР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках</p>	<p>Компетенция реализуется частично в части «Способен на основе критического анализа результатов НИР оценивать перспективы их практического применения в выбранной области химии» - аналитической химии, физической и коллоидной химии</p>	<p><b>Знать:</b>          – методы решения проблем, связанных с разделением и концентрированием анализируемой пробы  <b>Уметь:</b>          – систематизировать информацию, полученную в ходе выполнения анализов, НИР          – сопоставлять полученные результаты с литературными данными          – проводить оценку достоверности полученных результатов  <b>Владеть:</b>          – навыками определения возможных направлений продолжения работ, связанных с разделением и концентрированием          – навыками планирования экспериментальных работ  <b>Индикаторы сформированности компетенций в реализуемой части:</b>  <b>ПК-3-н-1.</b> Систематизирует информацию, полученную в ходе НИР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными  <b>ПК-3-н-2.</b> Определяет возможные направления развития работ и перспективы практического применения полученных результатов</p>

**ТЕМАТИЧЕСКИЙ ПЛАН**  
**Самостоятельная работа**

Содержание тем дисциплины	Кол-во часов	
	Очная	Заочная
<p><b>Введение. Разделение и концентрирование в аналитической химии</b>            Основные понятия: микрокомпонент, (микроэлемент, следы элементов) макрокомпонент (матрица), разделение, концентрирование, абсолютное концентрирование, относительное концентрирование, групповое концентрирование, индивидуальное концентрирование. Количественные характеристики разделения и концентрирования: степень извлечения, коэффициент концентрирования, коэффициент разделения. Место и роль разделения и концентрирования в анализе: стадия пробоподготовки, прямые и гибридные методы.            Классификация методов разделения и концентрирования; методы, основанные на образовании новой фазы; методы, основанные на различном распределении вещества между различными фазами; мембранные методы; методы внутрифазового распределения.            Постановка задачи: требования к методике, сопоставление методов.</p>	10	
<p><b>Экстракционное разделение и концентрирование</b>            Роль экстракции в аналитической химии. Основные понятия жидкостной экстракции: экстракция, исчерпываемая (отдающая) фаза, рафинат, экстрагент, разбавитель, экстракт, реэкстракция, реэкстрагент, реэкстракт. Количественные характеристики экстракционных процессов: степень (фактор) экстракции (извлечения), коэффициент концентрирования, (фактор обогащения), коэффициент разделения.            Способы проведения экстракции: периодическая (простая) экстракция, непрерывная экстракция, экстракционная хроматография, противоточная экстракция. Энергетика экстракционных процессов: качественное рассмотрение (гидратация, сольватация, диссоциация, энтропийный фактор), фазовое равновесие, химические потенциалы, стандартное состояние, закон действующих масс. Классификация экстракционных процессов: физическое распределение, катионообменная экстракция, анионообменная экстракция, координационная экстракция, экстракция смесями экстрагентов. Типичные экстрагенты.            Нетрадиционные методы жидкостной экстракции: жид-комембранное концентрирование, мицеллярное концентрирование, концентрирование в трехфазных системах.</p>	10	
<p><b>Электрохимические методы концентрирования. Сорбционные методы концентрирования</b>            Электровыделение (законы Фарадея, потенциостатический и гальваностатический режимы), цементация, электрокинетические методы, двойной электрический слой, электрофорез (разновидности, в том числе капиллярный электрофорез), электродиализ, электроосмос.            Основные понятия сорбции (адсорбция, абсорбция, капиллярная конденсация, физическая адсорбция, хемосорбция), физико-химические закономерности сорбции, энергетика адсорбции (потенциал Леннарда-Джонса, межмолекулярные силы Лондона и Га-макера), изотермы адсорбции (Лэнгмюра, БЭТ и Фрейдлиха), виды сорбентов (оксиды, оксигидраты, сульфидные сорбенты, цианофератные сорбенты, органические иониты, комплексообразующие (хелатные сорбенты)).</p>	10	
<p><b>Хроматография</b>            Классификация по агрегатному состоянию и основные характеристики газовой (газожидкостная и газотвердофазная) и жидкостной (жидкостно-жидкостная, жидкостно-твердофазная и жидкостно-гелевая) хроматографии. Классификация по механизму взаимодействия (распределительная, адсорбционная, ионообменная, эксклюзивная, аффинная, осадительная, комплексообразовательная, экстракционная). Особенности экстракционной хроматографии, кривые элюирования, определение по ним степени селективности, коэффициента распределения; достоинства и недостатки.</p>	10	

<b>Методы концентрирования на основе образования новой фазы. Иные методы концентрирования. Обработка результатов анализа</b> Осаждение и соосаждение (типы осадков, осадители). Направленная кристаллизация и зонная плавка. Пробирная плавка. Дистилляция, ректификация (фазовые диаграммы, уравнение Релея), отгонка после химических превращений, флотация (смачиваемость, пенная, масляная пленочная флотации. Методы пенного (адсорбционного концентрирования).	10	
<b>Итого:</b>	<b>50</b>	

**Соответствие компетенций, формируемых при изучении дисциплины «Методы разделения и концентрирования», и видов занятий с учетом форм контроля**

Перечень компетенций	Виды занятий и оценочные средства				Формы текущего контроля
	ЛР	ПР	СР	реф	
ПК-1-н	+	-	+	+	Отчет по лабораторной работе Защита лабораторной работы Защита реферата
ПК-3-н	+	-	+	-	Отчет по лабораторной работе Защита лабораторной работы

**СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

*Основная литература*

№ п/п	Библиографическое описание (название литературного источника)	Наличие		
		Электронно-библиотечная система (ЭБС)	Библиотека МГТУ (печатное издание)	Количество экземпляров печатного издания
1.	Аналитическая химия : учебник для вузов. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа / В. П. Васильев. - 2-е изд., перераб. и доп. - Москва : Дрофа, 2003, 2002. - 384 с.	-	+	47
2.	Аналитическая химия: сборник вопросов, упражнений и задач : учеб. пособие для вузов / В. П. Васильев, Л. А. Кочергина, Т. Д. Орлова; под ред. В. П. Васильева. - 3-е изд., стер. ; 2-е изд., перераб. и доп. - Москва : Дрофа, 2004, 2003. - 320 с.	-	+	194
3.	Аналитическая химия : учебник для вузов. В 3 т. Т. 2. Методы разделения веществ и гибридные методы анализа / [И. Г. Зенкевич и др.] ; под ред. Л. Н. Москвина. - Москва : Академия, 2008. - 299, [1] с.	-	+	3

*Дополнительная литература*

№ п/п	Библиографическое описание (название литературного источника)	Наличие		
		Электронно-библиотечная система (ЭБС)	Библиотека МГТУ (печатное издание)	Количество экземпляров печатного издания
1.	Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / Е. В. Пашкова, Е. В. Волосова, А. Н. Шипуля [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Ставрополь : Ставропольский государственный аграрный	+	-	-

университет, АГРУС, 2017. — 59 с. — 2227-8397. — Режим доступа: <a href="http://www.iprbookshop.ru/76128.html">http://www.iprbookshop.ru/76128.html</a>			
---	--	--	--

## **Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины (модуля)**

Материалы, находящиеся в свободном доступе на следующих сайтах:

<http://chemistry-chemists.com/Uchebniki.html>  
<http://chemport.ru/>  
<http://www.anchem.ru>  
<http://moya-shkola.info/>  
<http://knigozilla.ru/9266-analiticheskaja-khimija..html>  
<http://www.nofollow.ru/detail106408.htm>  
<http://www.wssanalytchem.org/default.aspx>  
<http://anchem.ru/>  
<http://chemexpress.fatal.ru>

## **СОДЕРЖАНИЕ И МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ИЗУЧЕНИЮ ТЕМ ДИСЦИПЛИНЫ**

### **Порядок и методические указания по изучению темы:**

#### **При изучении темы необходимо:**

- Изучить материалы учебников (учебных пособий)
- Ответить на вопросы для самоконтроля по теме.
- Решить задачи для самоконтроля

Перед решением задач необходимо внимательно изучить теоретический материал, проработать конспект лекции, разобрать примеры решения задач. Решение задач рекомендуется начинать с наиболее простых. Затем переходить к решению более сложных вариативных задач. При решении задач рекомендуется записать краткое условие задачи, уравнения реакций, исходные формулы для расчёта. Не рекомендуется использовать готовые конечные формулы, которые выводятся в примерах решения задач. С исходных формул необходимо вывести расчётные, а затем подставить в них численные значения. Таким образом, запись в тетради должна содержать формулы и все вычисления с указанием единиц измерения. Рекомендуется при записи величин чётко указывать к каким веществам, растворам, смесям и т. п. они относятся. При вычислениях необходимо обращать внимание на их точность (использование нужного числа значащих цифр) и соблюдение правил округления.

### **Тема: Экстракционное разделение и концентрирование**

#### ***Вопросы для самоконтроля:***

1. Значение малых концентраций элементов в современных областях естествознания. Важнейшие объекты анализа на микрокомпоненты.
2. Понятие «следы вещества (элемента)». Способы выражения чистоты вещества.
3. Абсолютное и относительное, групповое и избирательное концентрирование. Понятие о методах концентрирования и разделения. Терминология и количественные характеристики процесса экстракции.
4. Методы исследования механизма экстракции. Анионообменная экстракция. Катионообменная экстракция. Бинарная экстракция.
5. Требования к экстрагенту и к экстрагируемому соединению.
6. Экстракция. Общая характеристика метода. Классификация экстракции по технике проведения эксперимента.

7. Экстракция простых соединений с ковалентной связью.
8. Экстракция внутрикомплексных соединений и хелатов.
9. Экстракция минеральных кислот и комплексных соединений.
10. Экстракция комплексных металлосодержащих кислот.
11. Экстракция гетерополисоединений
12. Какие растворители используют для экстракции координационно-насыщенных и координационно-ненасыщенных внутрикомплексных соединений?
13. Какие из перечисленных органических растворителей (бензол, хлороформ, диэтиловый эфир, метилизобутилкетон) следует использовать для экстракции комплексных кислот типа  $H_nMX_{m+n}$ ?
14. Перечислите факторы, от которых зависит коэффициент распределения.
15. Какие из перечисленных параметров (концентрация, рН раствора, маскирующие вещества, температура) влияют на значение коэффициента распределения?
16. При каких значениях коэффициентов разделения и коэффициентов распределения достигается количественное разделение веществ?
17. Может ли быть достигнуто количественное разделение веществ А и В, если их коэффициенты распределения равны  $DA=10^3$  и  $DB=10^{-1}$ ?
18. Какие условия необходимо создать для перехода вещества из водной фазы в органическую?
19. Укажите различия между константой и коэффициентом распределения.
20. Для какого типа частиц константа и коэффициент распределения обычно равны?
21. От каких факторов зависит степень извлечения вещества?
22. Для какого типа равновесия применима константа экстракции?
23. Какие экстрагенты используют для экстракции хлоридных комплексов скандия и циркония?
24. Назовите условия, преимущества и недостатки экстракционно-фотометрического метода определения железа с сульфосалициловой кислотой?

#### **Задачи для самоконтроля**

1. К 100 мл раствора, содержащего  $1 \cdot 10^{-3}$  моль/л  $Cu^{2+}$ , добавили 10 мл раствора карбоновой кислоты в бензоле, и довели рН до 4, при котором коэффициент распределения меди равен 500. Найти степень извлечения, степень концентрирования и концентрацию меди в органической фазе. Ответ:  $R = 98 \%$ ; 9,8 раз;  $C(Cu^{2+})_{o.f.} = 9,8 \cdot 10^{-3}$  моль/л.
2. К 100 мл раствора, содержащего  $1 \cdot 10^{-4}$  моль/л  $Ni^{2+}$ , добавили 10 мл раствора 8-оксихинолина в  $CCl_4$ , и довели рН до 6, при котором коэффициент распределения никеля равен 1200. Найти степень извлечения, степень концентрирования никеля в органической фазе и остаточную концентрацию его в водной фазе. Ответ:  $R = 99,2 \%$ ; 9,92 раза;  $C(Ni^{2+})_{в.ф.} = 8,3 \cdot 10^{-7}$  моль/л.
3. К 100 мл раствора, содержащего 1 мг/л  $Nd^{3+}$ , добавили 5 мл раствора ди-2-этилгексилфосфорной кислоты в изооктане. После экстракции в водной фазе осталось 0,02 мг/л  $Nd^{3+}$ . Найти коэффициент распределения, степень извлечения и концентрацию неодима в органической фазе. Ответ:  $D = 980$ ;  $R = 98 \%$ ;  $C(Nd^{2+})_{o.f.} = 19,6$  мг/л.
4. Какой объём органической фазы (экстрагента, содержащего каприловую кислоту) необходимо взять для того, чтобы на 99,9 % извлечь кобальт из  $1 м^3$  его водно-аммиачного раствора, содержащего 1 г/л  $Co^{2+}$ ? Какова будет его концентрация в органической фазе?  $D_{Co}$  в этих условиях равен 4000. Ответ:  $C(Co^{2+})_{o.f.} = 3,99$  г/л;  $V(o) = 0,25 м^3$ .



5. Каким должен быть минимальный коэффициент распределения, обеспечивающий извлечение 95 % растворенного вещества из 100,0 мл водного раствора экстракцией: 1) двумя порциями по 25,00 мл; 2) пятью порциями по 10,0 мл? Ответ: 1) 21,88; 2) 8,2.
6. Хлорид никеля из водного раствора объёмом 100 мл экстрагируют в виде диметилглиоксимата 10 мл хлороформа и разбавляют хлороформом до 25 мл. Из полученного раствора аликвотные части объёмом 5 мл фотометрируют методом добавок. Рассчитать неизвестное содержание никеля в растворе с учётом его неполного извлечения, если известно, что оптические плотности хлороформных экстрактов с добавкой 20 мкг никеля и без нее равны соответственно 0,45 и 0,20. Коэффициент распределения диметилглиоксимата никеля в системе хлороформ – вода равен 410. Ответ: 82,1 мкг.
7. Рассчитайте коэффициент распределения и степень извлечения иона никеля в форме диметилглиоксимата никеля между водой и хлороформом, если его исходная концентрация в водной фазе равна 82,0 мкг/мл, а концентрация после экстракции - 0,2 мкг/мл. Отношение объемов органической и водной фаз равно 1:1. Ответ:  $D = 409$ ,  $R = 99,8 \%$ .
8. Коэффициент распределения фенола в системе вода - октиловый спирт равен 31. Объем водной фазы, из которой экстрагируют фенол, равен 100,0 мл. Рассчитайте и сравните степень извлечения фенола при: а) однократной экстракции 5,0 мл октилового спирта; б) однократной экстракции 25,0 мл октилового спирта; в) 5 - кратной экстракции порциями октилового спирта по 5,0 мл. Ответ: а)  $R = 60,8 \%$ ; б)  $R = 88,6 \%$ ; в)  $R = 99,1 \%$ .
9. Коэффициент распределения вещества А в системе  $\text{CHCl}_3 - \text{H}_2\text{O}$  равен 10. За сколько последовательных экстракций вещество А из 25,0 мл водной фазы можно перевести в слой  $\text{CHCl}_3$  на 99,8 %, если объем  $\text{CHCl}_3$  равен 2,0 мл. Ответ:  $n = 4$ .
10. Какой должен быть минимальный коэффициент распределения вещества, обеспечивающий 99,0 % его извлечения из 50,0 мл водного раствора двумя порциями органического растворителя по 25,0 мл? Ответ:  $D = 18$ .
11. Известно, что коэффициент распределения салициловой кислоты между равными объемами воды и хлороформа при pH 3,00 равен 1,3. Рассчитайте константу аспределения салициловой кислоты, если  $K_{a,HA} = 1,5 \cdot 10^{-3}$ . Ответ:  $KD = 3,25$ .
12. Известно, что константа распределения кислоты HA между равными объемами воды и органического растворителя равна 100. Рассчитайте pH, при котором кислота экстрагируется на 50 %,  $K_{a,HA} = 1,0 \cdot 10^{-5}$ . Ответ:  $\text{pH} = 7,00$ .
13. Рассчитайте степень извлечения (%) 8-оксихинолина (НОх) хлороформом при pH 11,00, если константа распределения НОх равна 360, константа диссоциации ( $K_{a,HA}$ ) =  $1,4 \cdot 10^{-10}$ , а объемы водной и органической фаз равны. Ответ:  $R = 96,6 \%$ .
14. Встряхивают 10,0 мл  $1,0 \cdot 10^{-2}$  М раствора 1–нитрозо-2-нафтола (НЛ) в  $\text{CHCl}_3$  с 20,0 мл 0,1 М водного раствора КС1. Известно, что  $P_{K_{a,HL}} = 7,63$ ; растворимость НЛ в воде  $S(\text{в}) = 1,06 \cdot 10^{-3}$  моль/л, а в  $\text{CHCl}_3 - S(\text{о}) = 1,35$  моль/л. Рассчитайте концентрацию НЛ в обеих фазах при pH 8,33. Ответ:  $c(\text{о}) = 9,9 \cdot 10^{-3}$  моль/л,  $c(\text{в}) = 4,7 \cdot 10^{-5}$  моль/л.
15. Рассчитайте коэффициент разделения меди и магния при экстракции их раствором 8-оксихинолина в хлороформе, если исходные концентрации металлов и объемы фаз равны, а степени извлечения составляют 97,0 и 23,0 % соответственно. Ответ:  $\alpha = 10^8$ .

16. Ионы Zn (II) и Pb (II) экстрагируются 0,10 М раствором 8-оксихинолина (НОх) в хлороформе в виде хелатов  $Me(Ox)_2$ . Константа экстракции  $Zn(Ox)_2$  равна  $2,5 \cdot 10^{-5}$ , а  $Pb(Ox)_2$  -  $1,0 \cdot 10^{-8}$ . Рассчитайте коэффициент разделения металлов при pH 4,00 при условии, что объемы фаз равны, ( $c_{Zn} = c_{Pb} = 1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л). Ответ:  $\alpha = 2,5 \cdot 10^3$ .
17. В форме хелата  $ML_2$  ионы металла экстрагируют из водной фазы объемом 50,0 мл ( $C_{Me} = 1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л; pH = 7,00). Объем растворителя 10,0 мл, концентрация органического реагента HL в растворителе  $CHL = 1,0 \cdot 10^{-2}$  моль/л. Рассчитайте  $K_{ex}$ , если степень извлечения металла составляет 40,0 %. Ответ:  $K_{ex} = 3,3 \cdot 10^{-10}$ .
18. В виде комплекса с диметилглиоксимом  $Ni(HL)_2$  ионы Ni(II) экстрагируют  $CHCl_3$  из раствора, содержащего  $3,0 \cdot 10^{-4}$  М никеля и  $3,0 \cdot 10^{-3}$  М диметилглиоксима, при pH 7,85 ( $V(в) = V(о)$ ). Рассчитайте константу экстракции  $Ni(HL)_2$ , если после достижения равновесия в водной фазе концентрация никеля равна  $3,7 \cdot 10^{-5}$  М. Ответ:  $K_{ex} = 2,3 \cdot 10^{-10}$ .
19. Ионы кобальта ( $C_0 = 1,0 \cdot 10^{-5}$  моль/л) экстрагируются из водной фазы равным объемом 0,10 М хелатообразующего реагента HL в хлороформе в виде комплекса  $CoL_2$ . Константа экстракции хелата  $CoL_2$  равна  $1,0 \cdot 10^{-15}$ . Рассчитайте pH, при котором ионы кобальта будут экстрагироваться на 50,0 %. Ответ: pH = 8,50.
20. Можно ли добиться 99 %-ного извлечения растворенного вещества с константой распределения 20 в результате: а) однократной обработки 100,0 мл водного раствора этого вещества 25,0 мл бензола; б) трехкратной такой же обработки? Ответ: а) нет;  $R_1 = 83$  %; б) да;  $R_3 = 99,5$  %.
21. Раствор 2-нитрозо-1-нафтола (HL) в  $CHCl_3$  неизвестной концентрации встряхнули с равным объемом боратного буферного раствора с pH 8. Концентрация HL в водной фазе после достижения равновесия составила  $5,67 \cdot 10^{-4}$  М. Растворимость HL в воде  $S = 8,4 \cdot 10^{-4}$  моль/л, а в  $CHCl_3$   $S = 9,6 \cdot 10^{-2}$  моль/л. Рассчитайте исходную концентрацию HL в  $CHCl_3$ , если  $pK_{a, HL} = 7,24$ . Ответ:  $9,59 \cdot 10^{-3}$  моль/л.
22. Каким объемом керосина надо обработать 1 м<sup>3</sup> воды из нефтяной скважины, содержащей 20 мг/л йода, чтобы содержание его в сточной воде после экстракции соответствовало требованиям ПДК ( $I_2$ ) = 0,01 мг/л? Коэффициент распределения йода в данной системе 2500. Ответ:  $R = 99,95$  %;  $V(о) = 0,79$  м<sup>3</sup>.
23. Изучено распределение кислоты HA между равными объемами воды и нитробензола. Константа распределения кислоты равна  $1 \cdot 10^3$ , а коэффициент распределения кислоты при pH 6 -  $1 \cdot 10^2$ . Рассчитайте константу диссоциации кислоты ( $K_{a, HA}$ ). Ответ:  $K_{a, HA} = 9 \cdot 10^{-6}$ .
24. Какой общий объем растворителя ( $CHCl_3$ ) необходим для понижения концентрации вещества X от 0,05 М до  $1 \cdot 10^{-4}$  М, если 25 мл его 0,05 М раствора проэкстрагировали порциями растворителя по 10 мл. Коэффициент распределения вещества X в системе вода – хлороформ равен 50. Ответ:  $n = 2$ ;  $V(о) = 20$  мл.

**Тема: Электрохимические методы концентрирования. Сорбционные методы концентрирования**

***Вопросы для самоконтроля***

1. Общая характеристика электрохимических методов концентрирования и разделения. Преимущества электрохимических методов перед другими методами.
2. В каких условиях достигается полное электролитическое разделение веществ?

3. Концентрирование следов металлов электролизом на твёрдых и жидких катодах.
4. Основные электрохимические методы концентрирования следов металлов. Преимущества электрохимических методов перед другими методами. Общая характеристика метода сорбции. Наиболее распространенные сорбенты, их активные центры.
5. Техника концентрирования и разделения с использованием сорбентов. Статический, динамический методы.
6. Что называют статической и динамической полной обменной емкостью? В каких единицах она измеряется? От каких параметров и условий зависит?
7. По каким величинам можно оценить селективность сорбента по извлечению элемента из водных растворов?
8. Напишите уравнение ионообменного равновесия. Что является термодинамической константой равновесия и коэффициентом селективности?
9. Какие типы ионообменников вы знаете? В чём преимущество синтетических органических ионообменников перед неорганическими? Приведите пример синтеза органических ионообменников.
10. Синтетические ионообменные смолы. Их типы, химически активные группы.
11. Обоснуйте преимущества хелатообразующих сорбентов перед ионообменными.
12. Какие виды взаимодействия существуют между веществом и сорбентом?

#### ***Задачи для самоконтроля***

1. К 2 л сточной воды добавили 10 г катионита КУ-2-8 и установили pH 6. Известно, что в этих условиях ионы  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Ni}^{2+}$  сорбируются с коэффициентами распределения 1000 и 300 г/мл соответственно. После десорбции в концентрате химическим анализом обнаружено 35,0 мг  $\text{Cu}^{2+}$  и 7,3 мг  $\text{Ni}^{2+}$ . Какова концентрация этих ионов в сточной воде? Ответ:  $C(\text{Ni}^{2+}) = 6,1$  мг/л;  $C(\text{Cu}^{2+}) = 21$  мг/л.
2. Известно, что кремний сорбируется анионитом из 0,005 моль/л раствора HF на 80 %. При анализе питьевой воды 2 л её подкислили до указанного значения концентрации плавиковой кислотой и пропустили через колонку с анионитом. Далее анионит десорбировали 10 мл раствора NaOH и фотометрическим анализом обнаружили, что в последнем растворе концентрация кремния составляет 0,2 мг/л. Найти содержание кремния в питьевой воде и степень концентрирования его в щелочном растворе. Ответ: 160 раз;  $C(\text{Si}) = 0,00125$  мг/л.
3. Для определения сорбционной способности ионов железа и титана в две склянки поместили по 0,5 г воздушно - сухого катионообменника КУ-2 в  $\text{H}^+$  – форме и по 1,00 мл растворов сульфата титана и сульфата железа, содержащих по 1 мг Fe (Ti) и 49,00 мл 0,5 М раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . После установления равновесия количество непоглощенных ионов железа составило 0,004 мг, ионов титана – 0,025 мг. Определите коэффициент распределения и коэффициент разделения указанных элементов при данных условиях. Ответ:  $K_p(\text{Fe}) = 24,9$  л/г;  $K_p(\text{Ti}) = 3,8$  л/г;  $\alpha = 6,4$ .
4. К 3,0 г катионита в  $\text{H}^+$ -форме добавлено 100 мл 0,1525 М раствора гидроксида натрия. После установления равновесия концентрация гидроксидных ионов уменьшилась до 0,0255 М. Определите статическую обменную ёмкость катионообменника. Ответ:  $\text{СОЕ} = 4,23$  ммоль/г
5. Навеску 2,3550 г образца, содержащего  $\text{Na}^+ \text{SO}_4^-$ , растворили в 100 мл дистиллированной воды. Аликвотную часть 10,00 мл пропустили через слой катионита в

- H<sup>+</sup>-форме. На титрование элюата пошло 10,25 мл 0,1550 М раствора гидроксида натрия. Рассчитайте процентное содержание сульфата натрия в образце. Ответ: 95,75 %.
6. Навеску 5100 г золотосодержащей руды растворили полностью в 10 л цианид – содержащего раствора. Затем 1000 мл этого раствора пропустили через колонку, содержащую 10 г активированного угля, который количественно сорбирует золото. Уголь сожгли. Его вес после сжигания составил 0,5378 г. Зола подвергли анализу методом пробирной плавки и определили, что она содержит 0,0015 г золота. Найдите содержание золота в руде, угле и золе, а также степень его концентрирования (по отношению к руде на всех этапах анализа). Ответ: W<sub>Au</sub> (в руде) =  $2,94 \cdot 10^{-4}$  %; W<sub>Au</sub> (в угле) = 0,015 %; W<sub>Au</sub> (в золе) = 0,278 %; степень концентрирования = 1:51:946.
  7. В 200 мл 0,12 н. раствора NaOH ввели 5 г воздушно-сухого сильнокислотного катионита в H<sup>+</sup> - форме. После установления равновесия отфильтровали 100 мл раствора, для нейтрализации которого потребовалось 20 мл 0,12 н. раствора HCl. Определите полную обменную емкость катионита. Ответ: ПОЕ = 3,84 ммоль/г.
  8. В 150 мл раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> с концентрацией 0,11 моль/л ввели 3 г сильноосновного анионита в OH<sup>-</sup>-форме. После установления равновесия ионного обмена отобрали 50 мл раствора, для нейтрализации которого потребовалось 22 мл раствора KOH с концентрацией 0,05 моль/л. Рассчитайте полную обменную емкость анионита. Ответ: ПОЕ = 8,8 ммоль/г.
  9. Полная обменная емкость сухого сульфокатионита КУ-2-8 в Na<sup>+</sup>-форме равна 4,8 ммоль/г. Определите предельно возможное количество (г) кобальта (II) и бария (II), которое может сорбировать из соответствующих растворов 1 г исходного ионита. Ответ: m (Co) = 0,14 г; m (Ba) = 0,33 г.
  10. Рассчитайте количество сульфокатионита в H<sup>+</sup>-форме и анионита в OH<sup>-</sup>-форме, необходимое для очистки 1000 м<sup>3</sup> природной воды, содержащей 0,025 г/л NaCl, 0,04 г/л MgSO<sub>4</sub>, 0,12 г/л Ca(HCO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. Полная обменная емкость катионита 4,2 моль/кг, анионита - 3,5 моль/кг. Ответ: 613,2 и 735,8 кг.
  11. Определите, какое количество (в кг) морской воды можно обессолить с помощью хроматографических колонок, содержащих 1 кг катионита и 1 кг анионита, если динамическая обменная емкость каждого ионита равна 3,5 моль/кг. Концентрация солей, преобладающих в воде, в % (масс.): NaCl – 2,74; MgCl<sub>2</sub> – 0,33; MgSO<sub>4</sub> – 0,23. Ответ: 6,07 кг.
  12. Ввели 3 г полистирольного сульфокатионита в H<sup>+</sup>-форме, полная обменная емкость которого 5,12 моль/кг, в 0,2 л водного раствора CsCl исходной концентрации 0,08 моль/л. Определить равновесные концентрации ионов H<sup>+</sup> и Cs<sup>+</sup> в растворе и в ионите, если константа ионообменного равновесия равна K<sub>Cs<sup>+</sup>/H<sup>+</sup></sub> = 2,7. Ответ: C(Cs)<sub>о.ф.</sub> = 3,25 моль/кг; C(Cs)<sub>в.ф.</sub> = 31,29 ммоль/л.
  13. В раствор, содержащий 0,028 моль/л RbCl, ввели 5 г фенолформальдегидного сульфокатионита в Na<sup>+</sup>-форме и смесь выдержали до достижения равновесия ионного обмена. Рассчитайте, какая часть рубидия будет адсорбироваться, если константа равновесия K<sub>Rb<sup>+</sup>/Na<sup>+</sup></sub> = 4,3, полная обменная емкость 3,5 моль/кг (Na<sup>+</sup>-форма ионита), объем раствора 0,21 л. Ответ: 90,85 %.

## Тема: Методы концентрирования на основе образования новой фазы

### **Вопросы для самоконтроля**

1. Характеристика метода соосаждения. Способы его осуществления.
2. Неорганические и органические коллекторы. Требования, предъявляемые к коллекторам.
3. Концентрирование с применением органических соосаждителей. Преимущества органических соосаждителей.
4. На каких процессах основаны принципы соосаждения железа с коллектором – карбонатом кальция?
5. Механизмы соосаждения. Коэффициент сокращения кристаллизации. Закон Хлопина. Закон Дернера - Госкинса.
6. Объясните преимущества аморфного осадка перед кристаллическим при соосаждении микрокомпонентов.
7. Какие преимущества имеют органические коллекторы при соосаждении микрокомпонентов?

### **Задачи для самоконтроля**

1. К 50 мл раствора, содержащего 5,6 г/л  $\text{Fe}^{3+}$  и 52 мг/л  $\text{Cr}^{3+}$ , добавлено 50 мл 0,1 моль/л раствора  $\text{NaOH}$ . Найти остаточную концентрацию железа в растворе после осаждения гидроксида. Какая часть железа осадилась? Какова степень соосаждения хрома?  $\text{PP}(\text{Cr}(\text{OH})_3) = 7,9 \cdot 10^{-21}$ ,  $\text{PP}(\text{Fe}(\text{OH})_3) = 1 \cdot 10^{-17}$ . Ответ:  $R(\text{Fe}^{3+}) = 33,2\%$ ;  $R(\text{Cr}^{3+}) = 99,84\%$ ;  $C(\text{Fe}^{3+})_{\text{в.ф.}} = 1,87$  г/л.
2. К 1 л раствора, содержащего  $1 \cdot 10^{-5}$  моль/л  $\text{AgNO}_3$ , добавили 1 мл 1 М раствора  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Будет ли выпадать осадок  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$ ? Сколько нужно добавить 1 М раствора  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ , чтобы количественно (>99,9%) соосаждать серебро?  $\text{PP}(\text{Ag}_2\text{CO}_3) = 6,15 \cdot 10^{-12}$ ,  $\text{PP}(\text{CaCO}_3) = 1,2 \cdot 10^{-8}$ . Ответ:  $D = 1950$ ;  $V((\text{Ca}(\text{NO}_3)_2)) = 0,33$  мл.
3. К 100 мл раствора, содержащего  $2 \cdot 10^{-5}$  моль/л  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ , добавили 100 мл раствора, содержащего 0,2 моль/л  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  и 0,9 г кристаллической щавелевой кислоты. Найти степень соосаждения и остаточные концентрации лантана и кальция в растворе.  $\text{PP}(\text{La}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3) = 2,5 \cdot 10^{-10}$ ,  $\text{PP}(\text{CaC}_2\text{O}_4) = 2 \cdot 10^{-9}$ . Достигнуто ли количественное соосаждение лантана, >95%, достаточное для проведения анализа? Ответ:  $R = 88,9\%$ ;  $C(\text{La}^{3+})_{\text{в.ф.}} = 1,15 \cdot 10^{-6}$  моль/л;  $C(\text{Ca}^{2+})_{\text{в.ф.}} = 0,05$  моль/л;  $D = 8$ ; количественное соосаждение не достигнуто.
4. Рассчитать, какое количество раствора натриевой щелочи с концентрацией 1 моль/л необходимо добавить к 200 мл раствора, содержащего 0,28 г/л  $\text{Fe}^{3+}$  и 45 мг/л  $\text{Sc}^{3+}$ , чтобы практически полностью (на 99,9%) осадить железо. Какова при этом будет степень соосаждения скандия?  $\text{PP}(\text{Sc}(\text{OH})_3) = 2 \cdot 10^{-30}$ ;  $\text{PP}(\text{Fe}(\text{OH})_3) = 1 \cdot 10^{-17}$ . Ответ:  $V(\text{NaOH}) = 3$  мл;  $D = 5 \cdot 10^{12}$ ;  $\frac{C(\text{Sc})_{\text{н.ф.}}}{C(\text{Sc})_{\text{в.ф.}}} = 5 \cdot 10^{15}$
5. Растворы, полученные после растворения отработанного ядерного горючего в серной кислоте, очищают от радиоактивного элемента радия медленным соосаждением его с барием. Найдите степень соосаждения радия, если к 1 м<sup>3</sup> раствора, содержащего 0,001 моль/л серной кислоты и  $1 \cdot 10^{-6}$  моль/л радия, добавлено 250 г хлорида бария.  $\text{PP}(\text{BaSO}_4) = 1,1 \cdot 10^{-10}$ ,  $\text{PP}(\text{RaSO}_4) = 4,3 \cdot 10^{-11}$ . Ответ:  $R = 93\%$ .
6. Рассчитать, какое количество 0,1 моль/л раствора  $\text{NaOH}$  необходимо добавить к 200 мл раствора, содержащего 0,28 г/л  $\text{Fe}^{3+}$  и  $5 \cdot 10^{-5}$  г/л  $\text{La}^{3+}$ , чтобы осадить 50 % железа в виде гидроксида. Какова при этом будет степень соосаждения лантана?  $\text{PP}(\text{La}(\text{OH})_3) = 6,5 \cdot 10^{-20}$ ;  $\text{PP}(\text{Fe}(\text{OH})_3) = 1 \cdot 10^{-17}$ . Ответ:  $V(\text{NaOH}) = 15$  мл;  $D = 153,8$ ;  $R = 99,4\%$ .
7. Для соосаждения следовых количеств стронция к 50 мл раствора, содержащего  $1 \cdot 10^{-5}$

моль/л  $\text{Sr}^{2+}$ , добавили некоторое количество серной кислоты и 50 мл 0,1 моль/л раствора  $\text{Ca}^{2+}$ . Рассчитать степень соосаждения стронция, если известно, что после осаждения в растворе осталось 0,01 моль/л  $\text{Ca}^{2+}$ . Была бы степень соосаждения стронция выше, если бы к исходному раствору добавили  $\text{Ba}^{2+}$  в том же количестве?  $\text{PP}(\text{BaSO}_4) = 1,1 \cdot 10^{-10}$ ,  $\text{PP}(\text{CaSO}_4) = 2,5 \cdot 10^{-5}$ ,  $\text{PP}(\text{SrSO}_4) = 3,2 \cdot 10^{-7}$ . Ответ:  $D = 78,1$ ;  $R = 99,7 \%$ .

8. Для определения микропримеси свинца в растворе хлорида натрия к 1 л раствора добавили 30 мл 0,1 М раствора хлорида кальция и 10 мл 0,1 М раствора фосфата натрия. Какая часть свинца соосадила с фосфатом кальция? Достаточно ли добавлено растворов  $\text{CaCl}_2$  и  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  для количественного ( $> 99,9 \%$ ) соосаждения свинца?  $\text{PP}(\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2) = 1 \cdot 10^{-25}$ ,  $\text{PP}(\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2) = 1 \cdot 10^{-32}$ . Ответ:  $D = 1 \cdot 10^7$ ;  $R = 100 \%$ .
9. К 1 л раствора, содержащего по 0,1 моль/л  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Fe}^{3+}$ , добавили 0,1 моль  $\text{NaOH}$ . После фильтрования осадка в растворе было найдено 0,070 моль/л  $\text{Fe}^{3+}$  и 0,097 моль/л  $\text{Cu}^{2+}$ .  $\text{PP}(\text{Cu}(\text{OH})_2) = 2,2 \cdot 10^{-20}$ ;  $\text{PP}(\text{Fe}(\text{OH})_3) = 1 \cdot 10^{-17}$ . Подчиняется ли система закону Хлопина?
10. К 100 мл раствора, содержащего 0,1 моль/л  $\text{Ca}^{2+}$  и  $1 \cdot 10^{-3}$  моль/л  $\text{La}^{3+}$ , добавили 1 мл концентрированного раствора (10 моль/л) плавиковой кислоты. Достаточно ли добавленных реактивов для количественного ( $>99,9\%$ ) соосаждения  $\text{La}^{3+}$ ? Какова степень соосаждения и остаточная концентрация  $\text{Ca}^{2+}$  в растворе?  $\text{PP}(\text{LaF}_3) = 1,4 \cdot 10^{-18}$ ;  $\text{PP}(\text{CaF}_2) = 3,4 \cdot 10^{-11}$ . Ответ:  $D = 2,4 \cdot 10^7$ ;  $C(\text{Ca})_{\text{в.ф.}} = 0,05$  моль/л.

### **Тема: Обработка результатов анализа**

#### ***Вопросы для самоконтроля***

1. Смысл понятия «точность химического анализа»?
2. Что характеризует правильность химического анализа?
3. О чем свидетельствует близость результатов параллельных определений компонента?
4. Чем отличаются понятия «сходимость» и «воспроизводимость»?
5. Как проверить правильность результатов химического анализа?
6. Как повысить точность метода или методики?
7. Что называется погрешностью химического анализа?
8. Перечислите основные признаки систематических погрешностей?
9. Какими причинами вызываются систематические и случайные ошибки анализа, грубые ошибки?
10. Что такое «контрольный опыт»?
11. Приведите примеры систематических погрешностей, которые можно вычислить а priori?
12. Дайте определение генеральной и выборочной совокупности данных.
13. Какому виду распределения обычно подчиняются данные химического анализа?
14. Назовите постоянные параметры нормального распределения случайной величины.
15. Как вычислить стандартное отклонение среднего результата?
16. Как сравнить по воспроизводимости две выборочные совокупности результатов химического анализа?
17. Как доказать, что результаты двух выборочных совокупностей принадлежат одной и той же генеральной совокупности данных химического анализа?
18. Что характеризует коэффициент Стьюдента  $t_{\alpha, n}$ ? От каких факторов зависит величина  $t$  - коэффициента?
19. Как рассчитывается доверительный интервал и что он характеризует?
20. Как используется доверительный интервал для обнаружения систематической ошибки метода?

21. Какие методы обнаружения грубых ошибок (промахов) используются в математической статистике?
22. Что такое Q – критерий и от каких факторов он зависит?
23. Чем характеризуется случайная погрешность анализа?
24. Изложите суть метода наименьших квадратов.
25. Дайте определение понятия «аналитический сигнал».
26. Чем определяется интервал определяемых концентраций или количеств?
27. Дайте определение понятия «предел обнаружения».
28. Чем определяются верхняя и нижняя границы определяемых концентраций или количеств?

### **Задачи для самоконтроля**

1. Имеется ли промах в результатах, полученных хроматографическим методом при определении антипирина в крови, мкг/г плазмы: 0,01; 0,06; 0,03; 0,04; 0,02; 0,05? Ответ: не имеется.
2. Содержание фосфора в чугуне по данным атомно-эмиссионного анализа составляет, %: 0,26; 0,24; 0,21; 0,23; 0,27; 0,30. Является ли величина 0,30 % промахом? Ответ: не является.
3. Из данных, приведенных ниже для разных выборочных совокупностей, рассчитайте среднее и его доверительный интервал (при  $P = 0,95$ ). Оцените воспроизводимость определения.
  - а) При определении свинца в пищевых продуктах атомно-абсорбционным методом получены следующие результаты, мг/кг: 5,5; 5,4; 5,7; 5,6; 5,4. Ответ:  $5,5 \pm 0,1$ ;  $S_r = 0,02$ .
  - б) При определении марганца в природной воде радиоактивационным методом получены следующие результаты, нг/мл: 0,35; 0,75; 0,65; 0,45; 0,55; 0,30; 0,80. Ответ:  $0,5 \pm 0,2$ ;  $S_r = 0,35$ .
  - в) Данные определения хрома в сточных водах красильного производства экстракционно-фотометрическим методом, мкг/мл: 0,25; 0,36; 0,29; 0,33. Ответ:  $0,31 \pm 0,08$ ;  $S_r = 0,16$ .
  - г) При определении вольфрама в почвах ферментативным методом получены следующие результаты, мкг/г вытяжки: 0,021; 0,042; 0,028; 0,053; 0,018. Ответ:  $0,03 \pm 0,02$ ;  $S_r = 0,47$ .
4. Можно ли утверждать на основании результатов анализа стандартных образцов, что методика имеет погрешность?
  - а) При анализе стандартного образца стали, содержащего по паспорту 0,27 % никеля, получены следующие данные, %: 0,26; 0,27; 0,30; 0,26; 0,40; 0,28; 0,29. Ответ: не имеет.
  - б) При анализе сплава титриметрическим методом получены следующие содержания меди, %: 8,29; 8,32; 8,36; 8,30. Содержание меди по паспорту равно 8,30 %. Ответ: не имеет.
  - в) Содержание фосфора в стандартном образце чугуна по данным атомно-эмиссионного анализа составляет, %: 0,26; 0,16; 0,21; 0,26; 0,40. Содержание фосфора по паспорту образца равно 0,39 %. Ответ: не имеет.
  - г) Содержание бромид-ионов в стандартном образце минеральной воды составляет по паспорту 0,019 г/л, а по данным потенциометрического анализа – 0,008; 0,01; 0,019; 0,007; 0,016; 0,007 г/л. Ответ: не имеет.

д) Содержание СаО в стандартном образце карбонатной горной породы по данным рентгенофлуоресцентного анализа составляет 20,3; 24,5; 18,8; 36,7; 22,4; 19,6 %, а по паспорту – 23,5 %. Ответ: не имеет.

5. В двух лабораториях при определении кремния в биологическом материале дифференциально-спектрофотометрическим методом получили следующие результаты, %:  
I – 0,84; 0,95; 0,91; 0,91  
II – 0,90; 0,82; 0,96; 0,91; 0,81  
Существует ли значимое расхождение между результатами двух лабораторий? Если нет, объедините данные в одну выборку, рассчитайте среднее и доверительный интервал ( $P = 0,95$ ). Если да, проведите расчеты для каждой лаборатории в отдельности. Ответ: нет;  $0,89 \pm 0,04$ .
6. В рудном концентрате два лаборанта определяли содержание свинца и получили следующие результаты, %:  
I – 1,15; 1,32; 1,17; 1,28; 1,14; 1,09  
II – 1,08; 1,01; 1,10; 1,02  
Можно ли объединить эти результаты для расчета содержания свинца в концентрате? Если да, рассчитайте его по данным двух серий. Если нет, рассчитайте для каждой серии в отдельности. Укажите доверительные интервалы. Ответ: нет; средние величины различаются значимо; по данным 1-го лаборанта –  $1,19 \pm 0,09$ ; по данным 2-го лаборанта –  $1,05 \pm 0,07$ .
7. При определении содержания марганца в почве получили следующие результаты, %: 0,053; 0,059; 0,073; 0,120; 0,069; 0,043; 0,038; 0,063; 0,100; 0,048. Вычислить стандартное отклонение и доверительный интервал среднего значения (для  $P = 0,95$ ). Ответ:  $S = 0,026$ ;  $\Delta X = 0,018$ .
8. Правильность новой методики определения циркония в сплавах проверяли с помощью межлабораторных испытаний. При анализе одного и того же стандартного образца с содержанием циркония 0,158 % получены следующие результаты, %:  
I – 0,150; 0,157; 0,169; 0,154  
II – 0,174; 0,180; 0,160; 0,156; 0,190  
а) Существует ли значимое расхождение между результатами двух лабораторий? б) Можно ли утверждать, что методика содержит систематическую погрешность? Ответ: а) нет; б) нет.
9. В образце сплава определили медь атомно-эмиссионным (I) и титриметрическим (II) методами. Получены следующие результаты, %:  
I – 12,1; 14,1; 13,6; 14,8  
II – 13,40; 13,75; 13,65; 13,58  
Можно ли для расчета содержания меди объединить эти данные в одну выборку? Ответ: нет; серии данных различаются по воспроизводимости.
10. В образце сплава определили медь гравиметрическим (I) и титриметрическим (II) методами. Получены следующие результаты, %:  
I – 13,21; 13,11; 13,17; 13,28  
II – 13,40; 13,75; 13,65; 13,58  
Можно ли для расчета содержания меди объединить эти данные в одну выборку? Ответ: нет; средние величины различаются значимо.



11. Для проверки правильности методики полярографического определения кадмия применили способ «введено-найдено»: Введено, мкг Cd Найдено, мкг  
20,0 21,2; 24,5; 18,4; 21,4  
40,0 44,4; 38,4; 39,6; 42,5  
Можно ли утверждать, что методика содержит систематическую погрешность? Ответ: нельзя.
12. В образце сплава определили содержание цинка гравиметрическим (I) и атомно-эмиссионным (II) методами. Получены следующие результаты, %:  
I – 15,25; 15,33; 15,16; 15,24  
II – 15,9; 15,7; 16,6; 16,6; 14,8; 15,9  
Можно ли утверждать, что различаются: а) воспроизводимости методик; б) результаты определения цинка? Ответ: а) да; б) нет.
13. При определении 1,1 – диметилгидразина сорбционно-фотометрическим (I) и хроматомасс-спектрометрическим (II) методами в пробе промышленных стоков получены следующие данные, мг/л:  
I – 0,72; 0,88; 0,78; 0,94; 0,78  
II – 0,86; 0,64; 0,77; 0,71; 0,60; 0,62  
Существует ли значимое расхождение между результатами анализов? Ответ: нет.
14. Установить число параллельных проб, необходимое для определения олова в баббите с точностью 3 %, если известно, что при анализе двух проб получено содержание олова 9,87 и 10,01 %. Ответ: 3 пробы.
15. Содержание молибдена в почве по результатам трех параллельных определений составляет, %:  $6,8 \cdot 10^{-4}$ ;  $7,0 \cdot 10^{-4}$ ;  $7,2 \cdot 10^{-4}$ . Какова точность метода и оправдано ли применение этого способа анализа для достижения относительной ошибки 3 %? Ответ: 7,10 %; да при  $n = 6$ .
16. При анализе марганца в стали получили 48,35 и 48,00 %. Установить количество параллельных проб, необходимое для определения марганца с точностью  $\pm 1$  %. Ответ: 4 пробы.
17. При анализе цинка в почве получено  $Zn$ , %:  $8,5 \cdot 10^{-3}$ ;  $10,4 \cdot 10^{-3}$ ;  $7,9 \cdot 10^{-3}$ . Установить число параллельных проб, необходимое для определения цинка с относительной ошибкой  $\pm 10$  %. Ответ: 11 проб.
18. Для полярографического определения кобальта построена следующая градуировочная зависимость:  
 $x$  (Co), мкг/мл 0,1 0,2 0,3 0,5 0,8 1,0  
 $y$ , мм (высота волны) 14 22 37 51 77 110  
а) Рассчитайте параметры градуировочной зависимости  $Y = a + bx$ , укажите доверительные интервалы.  
б) При анализе образца получено три параллельных значения высоты волны (H), равных 58, 55 и 59 мм. Рассчитайте содержание кобальта, укажите доверительный интервал.  
Ответ: а)  $a = 6 \pm 10$ ;  $b = 101 \pm 18$ ; б)  $0,5 \pm 0,1$  мкг/мл.
19. Для определения цинка в растительном сырье методом инверсионной вольтамперометрии построена градуировочная зависимость:  
 $x$  (Zn), мг/кг 1,3 2,8 3,9 5,5 6,9  
 $y$ , мм (высота пика) 32 56 87 134 161

Рассчитайте содержание цинка в образце по результатам двух параллельных определений и укажите доверительный интервал:

а)  $y = 39$  и  $36$  мм; б)  $y = 90$  и  $95$  мм; в)  $y = 144$  и  $152$  мм.

Ответ: а)  $1,7 \pm 0,7$  мг/кг; б)  $4,0 \pm 0,6$  мг/кг; в)  $6,3 \pm 0,7$  мг/кг.

20. Для пламенно-фотометрического определения калия построена следующая градуировочная зависимость с использованием чистых водных растворов KCl:
- |                                |     |     |     |     |     |      |
|--------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| x (K), мкг/мл                  | 1,0 | 2,0 | 3,0 | 5,0 | 7,0 | 12,0 |
| y, усл. ед. (сигнал детектора) | 18  | 26  | 36  | 59  | 81  | 137  |
- При анализе стандартного образца природной воды, содержащего, согласно паспорту, 4,3 мкг/мл калия и 520 мкг/мл натрия, получено значение  $y=58$  у.е. Можно ли утверждать, что при указанном соотношении концентраций натрий мешает определению калия? Ответ: да.
21. Рассчитайте коэффициент чувствительности и предел обнаружения при определении фенола спектрофотометрическим методом, если получены следующие данные для построения градуировочного графика:
- |  |       |       |       |       |       |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|
| x (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH), мкг/мл | 0,0   | 1,0   | 2,0   | 4,0   | 8,0   |
| y, A (оптич. плот.)                          | 0,050 | 0,148 | 0,241 | 0,452 | 0,820 |
- Среднее значение оптической плотности при  $c$  (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH) = 0 получено из следующих единичных значений: 0,055; 0,047; 0,053; 0,045; 0,048; 0,050; 0,052. Ответ:  $S = 0,097$  (мкг/мл)<sup>-1</sup>;  $\min C = 0,1$  мкг/мл.
22. При определении хрома в природных водах кинетическим методом было проведено по 5 параллельных определений для каждой пробы. Получены следующие содержания и рассчитаны их стандартные отклонения:
- |                |       |       |       |       |       |       |
|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| x (Cr), мкг/мл | 0,025 | 0,038 | 0,042 | 0,066 | 0,080 | 0,115 |
| y, (S), мкг/мл | 0,010 | 0,013 | 0,010 | 0,015 | 0,026 | 0,021 |
- Оцените из этих данных нижнюю границу определяемых содержаний при применении данного метода. Ответ:  $H C = 0,04$  мкг/мл.

## НАПИСАНИЕ РЕФЕРАТА ПО ДИСЦИПЛИНЕ

### *Возможная тематика реферата*

1. Количественные характеристики эффективности разделения и концентрирования.
2. Основные положения метода соосаждения. Типы коллекторов и требования, предъявляемые к ним. Закон Хлопина, правило Панета-Фаянса-Хана.
3. Количественные характеристики экстракционных процессов: константа распределения, константа экстракции, коэффициент распределения, степень извлечения. Фактор разделения.
4. Классификация экстракционных систем по кислотно-основным свойствам экстрагентов. Характеристика экстрагентов. Экстракция расплавленными экстрагентами. Методы определения элементов, применяемые при анализе экстракционных концентратов.
5. Методы анализа, применяемые в сочетании с сорбционным концентрированием.
6. Электрохимические методы разделения.
7. Хроматографические методы разделения и концентрирования при анализе смесей белков и аминокислот

### ***Подготовка реферата и доклада по нему с компьютерной презентацией.***

Работу над рефератом можно условно подразделить на три этапа:

1. Подготовительный этап, включающий изучение предмета исследования, выполнение эксперимента (если необходимо).

Подготовительный этап работы включает в себя:

1.1. Выбор (формулировку) темы.

1.2. Поиск источников.

1.3. Работа с источниками. Работу с источниками надо начинать с ознакомительного чтения, т.е. просмотреть текст, выделяя его структурные единицы. При ознакомительном чтении закладками отмечаются те страницы, которые требуют более внимательного изучения. В зависимости от результатов ознакомительного чтения выбирается дальнейший способ работы с источником. Если для разрешения поставленной задачи требуется изучение некоторых фрагментов текста, то используется метод выборочного чтения. Если в книге нет подробного оглавления, следует обратить внимание на предметные и именные указатели. Избранные фрагменты или весь текст (если он целиком имеет отношение к теме) требуют вдумчивого, неторопливого чтения с «мысленной проработкой» материала. Такое чтение предполагает выделение: 1) главного в тексте; 2) основных аргументов; 3) выводов. Особое внимание следует обратить на то, вытекает тезис из аргументов или нет. Необходимо также проанализировать, какие из утверждений автора носят проблематичный, гипотетический характер и уловить скрытые вопросы.

1.4. Создание конспектов для написания реферата. Подготовительный этап работы с литературой завершается созданием конспектов, фиксирующих основные тезисы и аргументы. Если в конспектах приводятся цитаты, то непременно должно быть дано указание на источник (автор, название, выходные данные, № страницы).

1.5. Выполнение эксперимента (если необходимо).

2. Изложение результатов изучения в виде связного текста.

Создание текста реферата (20-30 стр.). Текст реферата должен подчиняться определенным требованиям: он должен раскрывать тему, обладать связностью и цельностью. Раскрытие темы предполагает, что в тексте излагается относящийся к теме материал и предлагаются пути решения содержащейся в теме проблемы; связность текста предполагает смысловую соотносительность отдельных компонентов, а цельность - смысловую законченность текста.

Изложение материала в тексте должно подчиняться определенному плану – мыслительной схеме, позволяющей контролировать порядок расположения частей текста. Универсальный план научного текста, помимо формулировки темы, предполагает изложение вводного материала, основного текста и заключения.

3. Доклад (устное сообщение) по теме реферата, проиллюстрированное презентацией.

Полученные результаты представляются в виде доклада (5-7 страниц) с презентацией, в котором должно быть отражено содержание проделанной работы. По результатам делается устное сообщение на 5-7 мин.

При оценке реферата учитываются:

1. Знания и умения на уровне требований программы прикладной химии: знание фактического материала, усвоение общих представлений, понятий.
2. Умение ориентироваться в профессиональных источниках информации и работать с ними.
3. Культура письменного изложения материала.
4. Умение оформлять результаты работы.

5. Умение чётко и логично доложить основные результаты работы.
6. Качество и информативность иллюстрационного материала.
7. Умение грамотно, чётко отвечать на вопросы и вести аргументированную дискуссию.
8. Умение работать в группе.

**Технологическая карта дисциплины**  
**Дисциплина: «Методы разделения и концентрирования»**

№	Контрольные точки	Зачетное количество баллов		График прохождения (неделя сдачи)
		min	max	
<b>Текущий контроль</b>				
	<b>Посещение лекций (5 лекций)</b>	<b>3</b>	<b>12</b>	
	Нет посещений – 0 баллов, (2 лекций) 40 % - 3 балла; (4 лекции) 80 % - 6 баллов; (5 лекций) 100 % - 12 баллов			
1.	<b>Выполнение лабораторных работ (4 работы)</b>	26	29	По расписанию
	Выполнение одной ЛР в срок (по расписанию занятий) – 7,25 баллов, не в срок (но в течение двух недель после даты по расписанию) – 6,5 балла.			
2.	<b>Защита лабораторных работ</b>	26	29	По расписанию
	Защита одной ЛР в срок (в течение двух недель после даты выполнения ЛР по расписанию) – 7,25 баллов, не в срок – 6.5 балла.			
3.	<b>Реферат (1 р)</b>	5	10	По расписанию
	Одна к/р – от 5 до 10 баллов. Отлично – 10 баллов, хорошо – 8 баллов, удовлетворительно – 5 баллов			
	<b>ИТОГО за работу в семестре</b>	<b>60</b>	<b>80</b>	последняя неделя семестра
<b>Промежуточная аттестация</b>				
	<b>Экзамен</b>	<b>10</b>	<b>20</b>	
	Оценка «5» - 20 баллов Оценка «4» - 15 баллов Оценка «3» - 10 баллов			
	<b>ИТОГОВЫЕ БАЛЛЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ</b>	<b>70</b>	<b>100</b>	
	<b>Итоговая оценка</b> определяется по итоговым баллам за дисциплину и складывается из баллов, набранных в ходе текущего контроля (итога за работу в семестре) и промежуточной аттестации (экзамен) <b>Шкала баллов для определения итоговой оценки:</b> 91 - 100 баллов - оценка «5» 81-90 баллов - оценка «4» 70- 80 баллов - оценка «3» 69 и менее баллов - оценка «2» <b>Итоговая оценка</b> проставляется в экзаменационную ведомость и зачетную книжку обучающегося			