

Перелік питань на іспит з дисципліни «Пробопідготовка в хімічному аналізі»

1. Перелічіть причини можливої зміни складу матриці зразка, які потрібно враховувати під час пробовідбору та зберігання проб. Наведіть приклади.
2. Поясніть різницю між аспіраційним і вакуумним методами пробовідбору повітря.
3. Поясніть терміни випадковий, систематичний та багаточаровий пробовідбір.
4. Як здійснюють пробовідбір снігу та льоду?
5. Види проб та вимоги до них.
6. Класифікація способів пробовідбору: кваліфікований (довільний) пробовідбір і звичайний випадковий пробовідбір.
7. Класифікація способів пробовідбору: стратифікований (пошаровий) пробовідбір і систематичний пробовідбір.
8. Класифікація способів пробовідбору: змішаний, пошуковий та поперечний пробовідбір.
9. Мінімальний розмір проби та його розрахунок.
10. Відбір проб газів та повітря.
11. Відбір проб стоячої води. Відбір проб стічної води. Назвіть пристрої для відбору проб води та подайте їхню класифікацію.
12. Відбір проб водопровідної води.
13. Відбір проб ґрунтів.
14. Відбір проб пилу.
15. Відбір проб рослинної сировини.
16. Взаємозв'язок пробовідбору з методами аналізу.
17. Втрати аналіту, пов'язані з розбризкуванням та розпиленням та способи їх усунення.
18. Втрати аналіту, пов'язані з утворенням летких сполук та способи їх усунення.
19. Втрати аналіту внаслідок сорбції на стінках посуду та способи їх усунення.
20. Втрати аналіту внаслідок хімічної реакції зі стінками посуду та способи їх усунення.
21. Втрати під час фільтрування та способи їх усунення.
22. Використання сліпої проби.
23. Втрати внаслідок утворення піни та способи їх усунення.
24. Особливості консервування, транспортування та зберігання проб об'єктів довкілля.
25. Подрібнення проб. Очищення, фракціонування та концентрування проб.
26. Теоретичні основи екстракції. Основні поняття екстракції: екстракція, співекстракція, екстрагент, екстракт, екстракційний реагент, реекстракція, реекстракційний реагент, розбавлювач. Наведіть відповідні приклади.
27. Основні фізико-хімічні величини екстракції: константа розподілу, фактор збагачення, константа екстракції, коефіцієнт розподілу, ступінь вилучення, коефіцієнт розділення.
28. Умови вибору розчинника, який використовується в якості екстрагента.
29. Перелічіть причини співекстракції.
30. Назвіть основні типи екстракційних систем. Наведіть відповідні приклади.
31. Перелічіть шляхи підвищення селективності екстракції та наведіть відповідні приклади.
32. Екстракція мікрокомпонентів.
33. Екстракція мікродомішок. Вплив макрокомпонента, що не екстрагується.
34. Екстракція мікродомішок. Вплив макрокомпонента, що екстрагується.
35. Концентрування мікроелементів шляхом екстракції макрокомпонента.

36. Періодична екстракція та особливості її проведення.
37. Періодична мікроекстракція.
38. Періодична гомогенна мікроекстракція з висолювачем. Звичайний та протитечієвий варіант.
39. Періодична гомогенна мікроекстракція, що базується на зміні кислотності середовища.
40. Застосування трифазних систем у пробопідготовці.
41. Екстракція розплавами.
42. Неперервна екстракція важкими розчинниками.
43. Неперервна екстракція легкими розчинниками.
44. Неперервна екстракція з твердих речовин.
45. Твердофазна екстракція.
46. Твердофазна мікроекстракція.
47. Газова екстракція.
48. Надкритична флюїдна екстракція.
49. Способи осадження у пробопідготовці.
50. Механізми співосадження мікроелементів у розчинах та розплавах.
51. Застосування співосадження у пробопідготовці. Типи співосадників.
52. Керована кристалізація та її різновиди.
53. Особливості застосування виморожування в пробопідготовці рідких зразків.
54. Різновиди кріогенного концентрування газоподібних речовин. Кріофокусування.
55. Теоретичні основи сорбційного концентрування. Види сорбції та способи її проведення.
56. Особливості застосування активованого вугілля в сорбційно му концентруванні елементів.
57. Сорбція на карбонвмісних та пористих полімерних сорбентах.
58. Комплексоутворювальні сорбенти, їх види та особливості використання.
59. Застосування хемосорбції в пробопідготовці. Наведіть приклади.
60. Особливості вловлювання аерозолів.
61. Фізико-хімічні характеристики сорбентів.
62. Теоретичні основи мікрохвильової інтенсифікації пробопідготовки.
63. Особливості мікрохвильового прискорення розкладу аналізованих зразків: розчинення в сумішах кислот та сплавлення з окиснювальними плавнями.
64. Мікрохвильова інтенсифікація реакцій утворення аналітичних форм.
65. Особливості інтенсифікації екстракційної пробопідготовки мікрохвильовим випромінюванням. Використання іонних рідин.
66. Особливості виготовлення модифікованих сорбентів та патронів для твердофазної екстракції в мікрохвильовому полі.
67. Особливості інтенсифікації сорбційної пробопідготовки мікрохвильовим випромінюванням.
68. Переваги мікрохвильової пробопідготовки над поширеними методами термічної пробопідготовки.
69. Способи здійснення та механізм фотомінералізації.
70. Перспективи та переваги застосування ексиламп як джерел УФ-мінералізації.
71. Поєднання УФ-мінералізації з вольтамперометричним аналізом.
72. Фотохімічне генерування летких форм елементів в методах атомної спектроскопії.
73. Поєднання різновидів фотолізу з фізичними методами аналізу: флеш-фотоліз, фотоіонізація, імпульсний радіоліз, електронний піроліз.
74. Фізичні властивості та особливості поширення ультразвуку. Кавітація.

75. Основні напрямки застосування інтенсифікації етапів пробопідготовки дією ультразвуку.
76. Ультразвукове розчинення та гомогенізація. Ультразвукова активація мінералізації.
77. Акустичне емульгування та суспендування.
78. Використання ультразвуку в інтенсифікації екстракційних процесів.
79. Сорбція в ультразвуковому полі.
80. Пробу стічної води об'ємом 400 мл, що містила зависі та поверхнево-активні речовини, відфільтрували через нещільний фільтр ($d = 10$ см). Після цього пробу випарили в середовищі 1 M HNO_3 до 20 мл. Для визначення вмісту Pb(II) у воді в дві мірні колби на 25 мл внесли по 10 мл кінцевого розчину. Після цього одну з колб довели до позначки дистилятом, а в іншу додали $10 \text{ мл } 2.2 \times 10^{-5} \text{ M}$ розчину $\text{Pb(NO}_3)_2$ та довели до позначки дистилятом. Аналітичні сигнали розчинів у полум'ї пропан-бутан – повітря дорівнювали 22.2 та 45.2 у.о. Визначте вміст свинцю у воді (мкг/мл) та відсоток його втрат під час фільтрування, якщо у золі фільтра знайдено 17.3 мкг Pb , а регламентований вміст свинцю у фільтрувальному папері становить 0.1 мкг/см^2 .
81. Розрахуйте найменший коефіцієнт розподілу деякої речовини для кількісного (99 %) її вилучення з 50,0 мл водного розчину двома порціями по 25,0 мл.
82. Константа екстракції кобальту 1-нітросо-2-нафтолом (HL) рівна $1,0 \cdot 10^{-15}$. Концентрація кобальту у водній фазі становить $1,0 \cdot 10^{-5}$ моль/л, концентрація 1-нітросо-2-нафтолу в хлороформі рівна 0,1 моль/л. Об'єми водної та органічної фаз однакові. Розрахуйте рН середовища, за якого половина кобальту знаходитиметься у хлороформі.
83. Для визначення слідових кількостей плюмбуму у ґрунті приготували 100 мл витяжки. Розрахуйте мінімальне значення коефіцієнта розподілу діетилдитіокарбамату плюмбуму для кількісного (99%) його концентрування такими екстракціями: а) чотирма порціями по 10 мл; б) двома порціями по 5 мл.
84. При екстракції нікелю диметилгліоксимом початкова концентрація нікелю сягала 82 мкг/мл, а після екстракції - 0,2 мкг/мл. Розрахуйте коефіцієнт розподілу та ступінь вилучення нікелю, якщо об'єми водної та органічної фази рівні.
85. У ділильну лійку внесли 20,0 мл хлороформу потім додали по 10,0 мл водних розчинів саліцилової ($1,5 \cdot 10^{-3} \text{ M}$) та хлоридної ($2 \cdot 10^{-3} \text{ M}$) кислот. Розрахуйте константу розподілу саліцилової кислоти, якщо коефіцієнт її розподілу між водою та хлороформом становить 1,3, а $K_a^T = 1,5 \cdot 10^{-3}$.
86. Для деякої кислоти HA константа розподілу між рівними об'ємами води та органічного розчинника рівна 100. Константа кислотності кислоти становить $1 \cdot 10^{-5}$. При якому рН середовища кислота екстрагуватиметься наполовину?
87. У досліджуваному об'єкті концентрації купруму та магнію однакові, а ступені вилучення 8-оксихінолінатів хлороформом, відповідно, рівні 97 та 23%. Розрахуйте коефіцієнт розділення купруму та магнію внаслідок екстракції хлороформовим розчином 8-оксихіноліну.
88. Для екстаркційно-фотометричного визначення купруму в ґрунті його наважку масою 5,226 г струшували з 50 мл 1 M HCl упродовж 1 год. Далі кислотну витяжку відфільтрували та відібрали дві аліквоти фільтрату по 20 мл. Обидві проби нейтралізували до рН 5,0 після чого до однієї з них внесли 50 мг натрій діетилдитіокарбаміату (ДДТКNa). Проби перенесли у ділильні лійки, внесли в кожену по 10,0 мл CCl_4 та після 2 хв струшування відділили органічну фазу. Оптичні густини екстрактів дорівнювали 0,311 (розчин з додаванням ДДТКNa) та 0,036. Для визначення купруму приготували серію стандартних розчинів об'ємом 20,0 мл, для цього в хімічні склянки внесли 0 мл; 0,4 мл та 0,6 мл стандартного розчину Cu(II) ($T_{\text{Cu(II)}} = 1,0 \text{ мкг/мл}$), створили необхідне рН, додали по 50 мг ДДТКNa та провели екстракцію 10,0 мл CCl_4 . Оптичні густини екстрактів, відповідно, дорівнювали: 0,021; 0,267; 0,335. Розрахуйте вміст купруму в ґрунті (мг/кг).

89. Для визначення високомолекулярних алкілполіфосфатів (аніонні поверхнево-активні речовини) у стічній воді міста відібрали $V_{\text{в}}$ л досліджуваної води. Одержаний після 2-кратної екстракції у ділильній лійці порціями по 5 мл гексану розчин об'єднали. Для хроматографічного визначення алкілполіфосфатів відібрали 5 мкл одержаного екстракту. Який вміст алкілполіфосфатів у стічній воді (мг/л), якщо хроматографічний пік стандартного розчину ($m_{\text{ст}} = 1$ мкг) дорівнював 34 у.о., а досліджуваного – 39 у.о.? Визначте коефіцієнт розподілу і ступінь вилучення алкілполіфосфатів за однократну екстракцію, якщо відомо, що загалом у процесі пробопідготовки з досліджуваної стічної води вилучено 80 % аналіту.
90. Для визначення $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ тетраетилсвинцю в придорожньому пилі наважку ґрунту масою $m_1 = 50$ г помістили в камеру для термодесорбції, в якій впродовж $t = 2,0$ год підтримували температуру 250°C . Під час нагрівання через камеру пропускали очищений гелій зі швидкістю $v = 50$ мл/хв. Захоплений потоком гелію $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ сорбували модифікованим активованим вугіллям (маса сорбенту $m_2 = 100$ мг). Визначення $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ проводили з допомогою емісійного спектрального аналізу способом добавок, для чого відбирали $m_3 = 30$ мг активованого вугілля і запресовували в графітовий електрод. Розрахуйте вміст $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ у придорожньому пилі (в мг/кг), якщо емісійний сигнал від зразка без добавки складав $I_1 = 30$ у.о., а з добавкою $m_4 = 10$ мкг – $I_2 = 55$ у.о.
91. Для концентрування Cu^{2+} та Ni^{2+} у стічній воді в 2 л досліджуваної води внесли 10 г катіоніту КУ-2-8 і встановили рН 6,0. Коефіцієнти розподілу для Cu^{2+} та Ni^{2+} становлять 1000 і 300 г/мл, відповідно. Здійснивши десорбцію, в концентраті виявили 35,0 мг Cu^{2+} та 7,3 мг Ni^{2+} . Розрахуйте вміст цих іонів у стічній воді (в мг/л).
92. До трьох грамів катіоніту в H^+ -формі додали 100 мл 0,1525 М розчину NaOH . На момент встановлення рівноваги концентрація іонів гідроксонію зменшилась до 0,0255 М. Визначте статичну обмінну ємність катіоніту.
93. У хімічну склянку помістили 5,0 г повітряно-сухого сильнокислотного катіоніту в H^+ -формі. Потім у цю склянку влили 200 мл 0,12 М розчину гідроксиду натрію. Після встановлення іонообмінної рівноваги зі склянки декантували 100 мл, на нейтралізацію якого витратили 20 мл 0,06 М розчину H_2SO_4 . Визначте повну обмінну ємність катіоніту.
94. Для визначення пари акрилонітрилу в повітрі робочої зони використовували сорбційний патрон зі 100 мг сорбенту карботрап. Повітря робочої зони пропускали через сорбційний патрон упродовж $t = 60$ хв зі швидкістю $v = 20$ мл/хв. Розрахуйте вміст акрилонітрилу в повітрі робочої зони (мг/м³), якщо за умов концентрування ефективність сорбції аналіту на карботрап дорівнює $\eta_{\text{сорб}} = 90$ %, а ефективність термічної десорбції при одержанні хроматограми $\eta_{\text{десорб.}} = 94$ %. За результатами хроматографування знайдено $m = 16,2$ мкг акрилонітрилу.
95. При розробці методики сорбційно-хроматографічного визначення лимонену в повітрі лабораторії фармацевтичного заводу через сорбційну пастку-концентратор (сорбційний патрон), що містила 100 мг активованого вугілля з допомогою помпи впродовж 20 хв прокачували повітря зі швидкістю 100 мл/хв. Розрахуйте ефективність вилучення $\eta_{\text{сорб.}}$ (%) лимонену активованим вугіллям та повноту його десорбції CS_2 $\eta_{\text{десорб.}}$ (%), якщо після закінчення досліду в підключеній послідовно сорбційній пастці було визначено 3,6 мкг лимонену, а кількість лимонену, екстрагованого CS_2 з досліджуваного сорбенту, дорівнювала 15,9 мкг. Вміст лимонену в повітрі лабораторії фармацевтичного заводу, розрахований з допомогою референтної методики, складав 15 мг/м³.
96. У скільки разів відрізняються енергії ексиплексних ламп на основі молекул ArBr^* ($\lambda_{\text{max.}} = 165$ нм) та XeBr^* ($\lambda_{\text{max.}} = 282$ нм)?
97. Якою буде різниця в енергіях випромінювання (Дж) ексимерних ламп на основі молекул Ar_2^* ($\lambda_{\text{max.}} = 129$ нм) та Cl_2^* ($\lambda_{\text{max.}} = 258$ нм), якщо в обидвох випадках випромінює однакова кількість частинок?