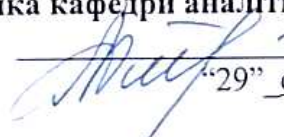


Кафедра аналітичної хімії

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Завідувачка кафедри аналітичної хімії

 Л.О. Дубенська  
“29” серпня 2023 року

*РОБОЧА ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ*

**ПРОБОПІДГОТОВКА В ХІМІЧНОМУ АНАЛІЗІ**

освітній рівень \_\_\_\_\_ другий (магістерський) рівень вищої освіти \_\_\_\_\_

галузь знань \_\_\_\_\_ 10 “Природничі науки” \_\_\_\_\_  
(шифр і назва галузі знань)

спеціальність \_\_\_\_\_ 102 “Хімія” \_\_\_\_\_  
(шифр і назва спеціальності)

спеціалізація \_\_\_\_\_ аналітична хімія \_\_\_\_\_

освітня програма \_\_\_\_\_ освітньо-наукова програма \_\_\_\_\_

Факультет \_\_\_\_\_ хімічний \_\_\_\_\_

Робоча програма навчальної дисципліни “Пробопідготовка в хімічному аналізі” для студентів освітнього ступеня “магістр” спеціальності 102 “Хімія”, 2023. – 14 с.

Розробник: Ридчук П.В., доцент кафедри аналітичної хімії, кандидат хімічних наук

---

---

---

(вказати авторів, їхні посади, наукові ступені та вчені звання)

Робочу програму схвалено на засіданні кафедри аналітичної хімії

---

Протокол від “29” серпня 2023 року № 1

## 1. Опис навчальної дисципліни

Дисципліна „Пробопідготовка в хімічному аналізі” є складовою циклу професійної підготовки фахівців освітнього ступеня “магістр” для спеціальності 102 “Хімія” у галузі аналітичної хімії та її застосування в пробопідготовці та аналізі складних об’єктів на вміст макро- та мікрокомпонентів. Читається у 1 семестрі в обсязі 4 кредити ECTS, закінчується іспитом.

Найменування показників	Галузь знань, напрям підготовки, освітньо-кваліфікаційний рівень	Характеристика навчальної дисципліни
Кількість кредитів – 4	Галузь знань 10 - Природничі науки	денна форма навчання
		Нормативна навчальна дисципліна
Модулів – 1	Спеціальність 102 Хімія	Рік підготовки: 1
Змістових модулів – 2		Семестр: 1-й
Загальна кількість годин: 120	Освітній ступінь – магістр	Лекції: 16 год
		Лабораторні роботи: 32 год
Тижневих годин: аудиторних – 3 самостійна робота – 4,5	Освітній ступінь – магістр	Самостійна робота: 72 год
		Вид контролю: іспит

Співвідношення кількості годин аудиторних занять до самостійної роботи становить 1:1,5

**2. Метою і завданням навчальної дисципліни „Пробопідготовка в хімічному аналізі”** є вивчення особливостей методів пробовідбору та пробопідготовки при проведенні аналізу. Освоєння теоретичних основ і практичних принципів методів очищення та концентрування досліджуваних проб, з метою вилучення та збереження цільових компонентів. Вивчення методів екстракції, сорбції, співосадження, кристалізації, зонної плавки, дистиляції, електрохімічних, відгонки, а також сучасних методів інтенсифікації пробопідготовки в аналізі об’єктів довкілля: різних діапазонів випромінювання (мікрохвильового, ультрафіолетового та інфрачервоного), ультразвуку, автоклавної пробопідготовки з метою визначення виділених та сконцентрованих інгредієнтів різними аналітичними методами.

**Предмет навчальної дисципліни „Пробопідготовка в хімічному аналізі”** включає вивчення відомих методів пробопідготовки, розділення та концентрування, а також застосування їх в поєднанні з методами визначення при аналізі складних об’єктів. Концентрування розширює можливості багатьох методів визначення, знижує відносні й абсолютні межі виявлення мікрокомпонентів, дає можливість аналізувати велику пробу, полегшує градування. Використання методів інтенсифікації пробопідготовки значно скорочує тривалість процесу та кількість реактивів, необхідних для пробопідготовки.

## Програмні компетентності

### Загальних компетентностей:

- ЗК 1.** Знання та розуміння предметної області та розуміння професійної діяльності.
- ЗК 2.** Здатність вчитися і оволодівати сучасними знаннями.
- ЗК 4.** Здатність застосовувати знання у практичних ситуаціях.
- ЗК 5.** Здатність до адаптації та дії в новій ситуації.
- ЗК 8.** Здатність оцінювати та забезпечувати якість виконуваних робіт.
- ЗК 12.** Здатність працювати автономно.
- ЗК 14.** Здатність до пошуку, критичного аналізу та обробки інформації з різних джерел.

### Спеціальних (фахових) компетентностей:

- СК 3.** Здатність організувати, планувати та реалізовувати хімічний експеримент.
- СК 4.** Здатність інтерпретувати, об'єктивно оцінювати і презентувати результати свого дослідження.
- СК 6.** Здатність здобувати нові знання в галузі хімії та інтегрувати їх із уже наявними.
- СК 7.** Здатність дотримуватися етичних стандартів досліджень і професійної діяльності в галузі хімії (академічна доброчесність, ризики для людей і довкілля тощо).

### Програмні результати навчання:

- ПРН 1.** Знати та розуміти наукові концепції та сучасні теорії хімії, а також фундаментальні основи суміжних наук.
- ПРН 3.** Застосовувати отримані знання і розуміння для вирішення нових якісних та кількісних задач хімії.
- ПРН 6.** Знати методологію організації наукового дослідження.
- ПРН 9.** Збирати, оцінювати та аналізувати дані, необхідні для розв'язання складних задач хімії, використовуючи необхідні методи та інструменти роботи з даними.
- ПРН 10.** Планувати, організувати та здійснювати експериментальні дослідження з хімії з використанням сучасного обладнання, грамотно обробляти їх результати та робити обґрунтовані висновки.

### Вимоги до знань та вмінь студентів:

#### *знати:*

- особливості пробопідготовки об'єктів до аналізу;
- основи хімічних та фізико-хімічних методів аналізу;
- основні розрахунки, необхідні для обчислення результатів аналізу;
- знати і розуміти наукові концепції та сучасні теорії хімії, а також фундаментальні основи суміжних наук;
- знати методологію та організації наукового дослідження.

#### *вміти:*

- провести розділення або/та концентрування аналіту при підготовці проби;
- вибрати оптимальний спосіб пробопідготовки зразка;
- порівняти одержані результати аналізу;
- застосовувати отримані знання і розуміння для вирішення нових якісних та кількісних задач хімії;
- збирати, оцінювати та аналізувати дані, необхідні для розв'язання складних задач хімії, використовуючи необхідні методи та інструменти роботи з даними;
- планувати, організувати та здійснювати експериментальні дослідження з хімії з використанням сучасного обладнання, грамотно обробляти їх результати та робити обґрунтовані висновки.

**Місце в структурно-логічній схемі спеціальності.** Дисципліна „Пробопідготовка в хімічному аналізі” є складовою циклу професійної підготовки фахівців освітнього ступеня “магістр” у галузі аналітичної хімії та її застосування в пробопідготовці та аналізі складних об'єктів на вміст макро- та мікрокомпонентів.

### 3. ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 1.

#### Методи пробовідбору об'єктів довкілля. Попередня підготовка проб. Екстракція.

**Лекція 1 (а). Пробовідбір, основні поняття пробовідбору. Класифікація способів пробовідбору. Мінімальний розмір проби. Статистика пробовідбору.**

**Лабораторна робота 1 (4 год). Пробопідготовка харчових продуктів для фотометричного визначення вмісту крохмалю.**

1. Підготовка реагентів для виконання лабораторної роботи.
2. Виготовлення стандартних розчинів для роботи.
3. Пробопідготовка об'єктів аналізу.
4. Екстракціо-фотометричне визначення аналіту.

**Лекція 1(б). Методи відбору проб об'єктів довкілля. Взаємозв'язок пробовідбору з методами аналізу.**

Відбір проб газів. Відбір проб повітря. Відбір проб рідин. Відбір проб ґрунтів. Відбір проб пилу. Відбір проб рослинної сировини. Взаємозв'язок пробовідбору з методами аналізу.

**Лекція 2. Джерела похибок під час проведення розкладу аналізованих зразків та способи їх уникнення.**

Втрати, пов'язані з розбризуванням та розпиленням. Втрати, пов'язані з утворенням летких сполук. Втрати внаслідок сорбції на стінках посуду. Втрати внаслідок хімічної реакції зі стінками посуду. Втрати під час фільтрування. Використання сліпої проби. Втрати внаслідок утворення піни. Попередня підготовка проб: зберігання; консервування та транспортування; подрібнення; очищення, фракціонування та концентрування проб.

#### Завдання для самостійної роботи (18 год)

1. Ознайомлення з класифікацією способів пробовідбору.
2. Реферування методик пробовідбору та попередньої підготовки об'єктів довкілля – ґрунтів та сипучих середовищ, вод, повітря та газових сумішей.

#### Типові завдання до модульного колоквиуму 1

1. Поясніть терміни *репрезентативна*, *генеральна* та *точкова проби*. Який між ними взаємозв'язок?
2. Перелічіть причини можливої зміни складу матриці зразка, які потрібно враховувати під час пробовідбору та зберігання проб. Наведіть приклади.
3. Поясніть термін *контрольна проба*. Яка мета її відбору? Як пов'язані проста та змішана проби?
4. Поясніть терміни *випадковий*, *систематичний* та *багатошаровий пробовідбір*.
5. Перелічіть загальні та специфічні вимоги до проб.
6. Опишіть відомі підходи до здійснення пробовідбору, залежно від природи досліджуваного матеріалу чи системи та мети аналізу.
7. Які проби відбирають у випадку серійного пробовідбору? Коротко їх охарактеризуйте.
8. Як класифікують способи пробовідбору?
9. Перелічіть умови та особливості проведення *кваліфікованого* пробовідбору.
10. Опишіть способи здійснення *випадкового* пробовідбору.
11. Які умови та особливості проведення *змішаного* пробовідбору?
12. Які переваги та недоліки *поперечного* пробовідбору?
13. Перелічіть вимоги до проб та специфічні вимоги до проб об'єктів навколишнього середовища.
14. Як оцінюють мінімальну величину проби? Як статистично опробляють результати пробовідбору? Основні величини: *довірчий інтервал*, *дисперсія*, *стандартне відхилення*.
15. Перелічіть чинники, що визначають вибір методу та правильність пробовідбору.
16. Як класифікують проби за фізичною природою? Поясніть терміни *активний* та *пасивний пробовідбір*.
17. Назвіть чинники, які впливають на процеси концентрування у пасивних пробовідбірниках, та поясніть можливий механізм їх впливу.
18. Поясніть різницю між *статичним* та *динамічним* способами відбору газів. Назвіть джерела можливих похибок за статичного пробовідбору газів.
19. Опишіть ізокінетичний метод пробовідбору газів, його суть та особливості застосування.
20. Поясніть терміни *неперервний* та *разовий* відбір проб повітря.

21. Поясніть різницю між *аспіраційним* і *вакуумним* методами пробовідбору повітря.
22. Опишіть пробовідбір визначуваних компонентів повітря поглинальними середовищами. Назвіть способи покращення ефективності такого пробовідбору.
23. У чому полягає перевага використання гранульованих сорбентів ніж поглинальних середовищ? Наведіть приклади таких сорбентів та перелічіть вимоги до них.
24. На які групи поділяють тверді адсорбенти для пробовідбору повітря?
25. Чому під час абсорбційного пробовідбору повітря не вдається сконцентрувати аерозолі та тверді частинки? У який спосіб здійснюють вловлювання твердих частинок з повітря?
26. Як проводять пробовідбір з повітря реакційноздатних сполук?
27. Назвіть обмеження пробовідбору повітря в контейнери. Перелічіть процеси, які можуть відбуватися з визначуваними компонентами під час пробовідбору повітря у контейнери.
28. Охарактеризуйте переваги та недоліки пробовідбору повітря з використанням абсорберів.
29. Дайте характеристику груп твердих адсорбентів для пробовідбору повітря. Наведіть приклади.
30. Наведіть приклад сорбентів, які застосовують для вилучення газоподібних органічних домішок з повітря.
31. Визначення органічних речовин у повітрі з використанням абсорбційного пробовідбору, поєднаного з дериватизацією (наприкладі альдегідів та кенонів; амінів та гідразинів; сполук сульфуру, фосфору, органічних галогенопохідних). Чи можна вважати, що в основі такого пробовідбору лежить хемосорбція? Аргументуйте свою відповідь.
32. Назвіть причини, з яких під час криогенного пробовідбору повітря необхідно попередньо провести його осушення. Наведіть приклади таких осушувачів.
33. Назвіть основні принципи відбору проб води. Коротко охарактеризуйте види відбору проб води.
34. Поясніть терміни *проста* та *змішана проба* води. Назвіть пристрої для відбору проб води та подайте їхню класифікацію.
35. Які особливості пробовідбору стоячої води?
36. Як здійснюють пробовідбір снігу та льоду?
37. Охарактеризуйте особливості відбору проб стічних вод.
38. У чому полягає специфіка відбору проб питної води?
39. Чому необхідно визначати вміст вологи в ґрунті? Які величини її характеризують?
40. У чому особливості пробовідбору пилу?
41. Зазначте особливості транспортування проб рослинної сировини.
42. Як рекомендують подрібнювати харчові продукти для уникнення забруднення?
43. Поясніть суть *скрінінгу*. Які переваги його проведення?
44. Які узагальнені показники об'єктів довкілля Ви знаєте?
45. Перелічіть типові обмеження методів добавок та внутрішнього стандарту під час аналізу зразків з твердою матрицею.

### **Лекція 3(а). Екстракція. Основні поняття. Умови вибору екстрагента. Шляхи підвищення селективності екстракції.**

### **Лекція 3(б). Типи екстракційних систем. Теоретичні основи екстракції. Способи проведення екстракції. Техніка та методика екстракційного концентрування.**

Екстракція мікродомішок. Вплив макрокомпонента, що не екстрагується. Екстракція мікродомішок за наявності макрокомпонента, що екстрагується. Концентрування мікроелементів шляхом екстракції макрокомпонента. Застосування трифазних систем у пробопідготовці. Екстракція розплавами. Періодична екстракція та мікроекстракція (гомогенна екстракція). Неперервна екстракція. Твердофазна екстракція (колонкова екстракційна хроматографія). Твердофазна мікроекстракція. Газова екстракція. Надкритична флюїдна екстракція.

### **Лабораторна робота 2 (6 год), на вибір:**

а) *Екстракційно-фотометричне визначення барвників у харчових продуктах;*

б) *Екстракційно-фотометричне визначення Pd(II) у відходах виробництва.*

1. Підготовка реагентів для виконання лабораторної роботи.
2. Виготовлення стандартних розчинів для роботи.
3. Екстракційно-фотометричне визначення барвників / паладію(II).
4. Обчислення вмісту аналітів та порівняння з допустимими нормами.

### **Завдання для самостійної роботи (9 год)**

1. Опрацювання сучасних підходів до використання екстракційних методів в пробопідготовці (твердофазна екстракція/мікроекстракція, газова екстракція, надкритична флюїдна екстракція тощо).

### **Типові завдання до контрольної роботи**

1. Основні поняття екстракції: екстрагент, екстракт, реекстракція, розбавлювач, співекстракція, екстракційний реагент. Наведіть відповідні приклади.
2. Назвіть основні типи екстракційних систем. Наведіть відповідні приклади.
3. Основні фізико-хімічні величини екстракції: константа розподілу, фактор збагачення, константа екстракції, коефіцієнт розподілу, ступінь вилучення, коефіцієнт розділення.
4. Періодична екстракція та особливості її проведення. Екстракція з великого об'єму водної фази.
5. Перелічіть шляхи підвищення селективності екстракції
6. Застосування трифазних систем у пробопідготовці екстракцією та наведіть відповідні приклади.
7. Умови вибору розчинника, який використовується в якості екстрагента.
8. Екстракція розплавами.
9. Екстракція мікрокомпонентів.
10. Концентрування мікроелементів шляхом екстракції макрокомпонента.
11. Вплив макрокомпонента, що не екстрагується.
12. Екстракція мікродомішок за наявності макрокомпонента, що екстрагується.
13. Перелічіть причини співекстракції.
14. Неперервна екстракція легкими розчинниками, важкими розчинниками.
15. Неперервна екстракція з твердих речовин.
16. Твердофазна екстракція.
17. Твердофазна мікроекстракція.
18. Газова екстракція.

## **ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 2.**

### **Комбіновані та гібридні методи. Методи інтенсифікації пробопідготовки**

#### **Лекція 4. Сорбційні методи. Загальні положення. Типи сорбентів. Фізико-хімічні характеристики сорбентів.**

Класифікація сорбційних методів. Загальні вимоги до сорбентів. Застосування хемосорбції в пробопідготовці. Вловлювання аерозолів.

#### **Лабораторна робота 3 (6 год). Концентрування мікроелементів, які містяться в природних водах, за допомогою сорбції на активованому вугіллі**

1. Підготовка реагентів для виконання лабораторної роботи.
2. Сорбційне концентрування оксихінолілатів важких після співосадження на органічному колекторі (оксихінолін) в динамічному режимі.
3. Десорбція та атомно-абсорбційне визначення металів.
4. Обчислення вмісту важких металів у зразках води та порівняння з ГДК.

#### **Лекція 5. Концентрування осажденням та співосажденням. Типи співосадників. Керована кристалізація та кріогенне концентрування.**

Типи хімічних сполук, відокремлюваних осажденням. Співосадження мікроелементів у розчинах та розплавах. Особливості застосування виморожування в пробопідготовці рідких зразків. Різновиди кріогенного концентрування газоподібних речовин. Кріофокусування.

### **Завдання для самостійної роботи (9 год)**

1. Ознайомлення з особливостями використання та способами модифікації основних типів сорбентів.
2. Ознайомлення з підходами щодо використання органічних та неорганічних колекторів для концентрування слідових кількостей речовин.

#### **Лекція 6(а). Електрохімічні методи розділення та концентрування. Кулонометрія.**

Класифікація електрохімічних методів розділення та концентрування. Кулонометрія як метод розділення, прискорений електроліз, електроліз з ртутним катодом, внутрішній електроліз, цементация.

#### **Лекція 6(б). Інверсійна вольтамперометрія. Електрофорез. Капілярний електрофорез.**

Інверсійна вольтамперометрія, електродні реакції, які використовують на етапі концентрування аналіту. Використання екстракції на етапі концентрування чи визначення. Іонообмінне концентрування модифікованою поверхнею електрода. Міграція іонів та масоперенесення в умовах капілярного електрофорезу. Селективність розділення компонентів капілярним електрофорезом.

**Лабораторна робота 4 (8 год). Порівняння ефективності екстракції та озолення матриці при пробопідготовці вугільної сажі для визначення вмісту галію.**

1. Підготовка реагентів для виконання лабораторної роботи.
2. Пробопідготовка сажі.
3. Екстракційно-фотометричне визначення Ga(III) способом добавки.
4. Обчислення вмісту Ga(III) у сажі при різних способах пробопідготовки, порівняння результатів.

**Лекція 7(а). Методи інтенсифікації пробопідготовки. Інтенсифікація мікрохвильовим випромінюванням.**

Чинники, які впливають на ефективність дії мікрохвильового випромінювання.

**Лекція 7(б). Особливості та переваги застосування мікрохвильового випромінювання в інтенсифікації різних етапів пробопідготовки.**

Мікрохвильова інтенсифікація екстракційного та сорбційного концентрування мікрокомпонентів.

**Лекція 8(а). Застосування УФ-випромінювання в пробопідготовці.**

Способи здійснення та механізм фотомінералізації.

**Лекція 8(б). Поєднання УФ-мінералізації з вольтамперометричним аналізом. Фотохімічне генерування летких форм елементів у методах атомної спектроскопії.**

Переваги способів сучасної фотохімічної мінералізації.

**Лабораторна робота 5 (6 год). Концентрування домішок Pb(II) на стронцій сульфаті, за рахунок ізоморфного співосадження.**

1. Підготовка реагентів для виконання лабораторної роботи.
2. Співосадження PbSO<sub>4</sub> на SrSO<sub>4</sub>, фільтрування та пробопідготовка колектора.
3. Атомно-абсорбційне визначення вмісту Pb(II) у аналізованих водах, порівняння з ГДК.

**Лекція 9(а). Ультразвукова активація пробопідготовки.**

Фізичні властивості та особливості поширення ультразвуку.

**Лекція 9(б). Інтенсифікація етапів пробопідготовки дією ультразвуку.**

Розчинення, мінералізація та гомогенізація в ультразвуковому полі, акустичне емульгування та суспендування, ультразвукова інтенсифікація екстракційних та сорбційних процесів.

**Завдання для самостійної роботи (36 год)**

1. Ознайомлення з новими напрямками електрохімічних методів аналізу в концентруванні та визначенні мікрокомпонентів.
2. Опрацювання літературних даних щодо інтенсифікації різних етапів пробопідготовки дією мікрохвильового випромінювання.
3. Опрацювання літературних даних щодо інтенсифікації етапів пробопідготовки дією ультразвуку.
4. Опрацювання літературних даних щодо застосування УФ-випромінювання в пробопідготовці.
5. Опрацювання літературних даних щодо використання унікальних приладів в пробопідготовці та хімічному аналізі.

**Типові завдання до модульного колоквиуму 2**

1. Переваги та недоліки кулонометрії як методу електрохімічного розділення елементів.
2. Перелічіть чинники, які впливають на можливість кулонометричного розділення металів.
3. Поляризаційні криві, їх типи та використання для встановлення умов розділення металів електролізом.
4. Вплив кислотності середовища та наявності комплексантів на можливість кулонометричного розділення елементів.
5. Характеристики типів осадів у кулонометрії та умови їх одержання.
6. Назвіть причини та способи запобігання виділенню газоподібних продуктів на робочих електродах у кулонометрії. Наведіть відповідні приклади.
7. Назвіть способи пришвидшення електролізу та поясніть принцип їх використання.

8. Дайте характеристику основних типів електродів, що використовують для кулонометричного розділення металів.
9. Використання внутрішнього електролізу в розділенні та визначенні елементів.
10. Використання цементації в розділенні та визначенні елементів.
11. Способи встановлення кінця електролізу в різновидах кулонометрії.
12. Переваги використання інверсійної вольтамперометрії над іншими методами розділення і концентрування.
13. Переваги використання плівкових ртуть-графітових електродів над стаціонарним ртутним електродом.
14. Інверсійно-вольтамперометричне визначення металів після концентрування на стаціонарному ртутному та ртутному плівковому електродах.
15. Інверсійно-вольтамперометричне визначення металів після концентрування на платиновому електроді.
16. Інверсійно-вольтамперометричне визначення металів після концентрування у вигляді малорозчинних сполук.
17. Інверсійно-вольтамперометрія з попереднім адсорбційним концентруванням.
18. Перелічіть основні типи електродних реакцій, які використовують на етапі концентрування аналітів в інверсійній вольтамперометрії.
19. Використання екстракції на етапі концентрування в інверсійній вольтамперометрії.
20. Теоретичні основи електрофорезу.
21. Капілярний електрофорез: основи та можливості методу.
22. Електроосмотичний потік: механізм утворення та його вплив на розділення аналітів у капілярному електрофорезі.
23. Назвіть основні чинники, що впливають на можливість розділення аналітів у капілярному електрофорезу, поясніть їх дію.
24. Теоретичні основи мікрохвильової інтенсифікації пробопідготовки.
25. Особливості мікрохвильового прискорення розкладу аналізованих зразків.
26. Особливості інтенсифікації екстракційної пробопідготовки мікрохвильовим випромінюванням.
27. Особливості інтенсифікації сорбційної пробопідготовки мікрохвильовим випромінюванням.
28. Способи здійснення та механізм фотомінералізації.
29. Поєднання УФ-мінералізації з вольтамперометричним аналізом.
30. Фотохімічне генерування летких форм елементів в методах атомної спектроскопії.
31. Поєднання способів пробопідготовки фотолізом з різновидами хроматомаспектрометричного аналізу.
32. Фізичні властивості та особливості поширення ультразвуку.
33. Основні напрямки застосування інтенсифікації етапів пробопідготовки дією ультразвуку.

### **Перелік запитань на іспит**

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 багат шаровий пробовідбір.
4. Як здійснюють пробовідбір снігу та льоду?
5. Охарактеризуйте особливості відбору проб стічних вод.
6. Як класифікують способи пробовідбору?
7. Назвіть пристрої для відбору проб води та подайте їхню класифікацію.
8. Види проб та вимоги до них.
9. Класифікація способів пробовідбору: кваліфікований (довільний) пробовідбір і звичайний випадковий пробовідбір.
10. Класифікація способів пробовідбору: стратифікований (пошаровий) пробовідбір і систематичний пробовідбір.
11. Класифікація способів пробовідбору: змішаний, пошуковий та поперечний пробовідбір.
12. Мінімальний розмір проби та його розрахунок.
13. Відбір проб газів.
14. Відбір проб повітря.
15. Відбір проб стоячої води.
16. Відбір проб стічної води.
17. Відбір проб водопровідної води.
18. Відбір проб ґрунтів.
19. Відбір проб пилу.
20. Відбір проб рослинної сировини.

21. Взаємозв'язок пробовідбору з методами аналізу.
22. Втрати аналіту, пов'язані з розбризуванням та розпиленням та способи їх усунення.
23. Втрати аналіту, пов'язані з утворенням летких сполук та способи їх усунення.
24. Втрати аналіту внаслідок сорбції на стінках посуду та способи їх усунення.
25. Втрати аналіту внаслідок хімічної реакції зі стінками посуду та способи їх усунення.
26. Втрати під час фільтрування.
27. Використання сліпої проби.
28. Втрати внаслідок утворення піни.
29. Особливості транспортування та зберігання проб об'єктів довкілля.
30. Особливості консервування та транспортування проб об'єктів довкілля.
31. Подрібнення проб.
32. Очищення, фракціонування та концентрування.
33. Способи здійснення «сухого» озолення.
34. Способи здійснення «мокрого» озолення.
35. Способи осадження у пробопідготовці.
36. Механізми співосадження мікроелементів у розчинах та розплавах.
37. Застосування співосадження у пробопідготовці. Типи спів осадників.
38. Керована кристалізація та її різновиди.
39. Теоретичні основи екстракції.
40. Назвіть основні типи екстракційних систем. Наведіть відповідні приклади.
41. Вимоги до екстрагента та шляхи покращення селективності в екстракційному концентруванні.
42. Екстракція мікродомішок. Вплив макрокомпонента, що не екстрагується.
43. Екстракція мікродомішок. Вплив макрокомпонента, що екстрагується.
44. Концентрування мікроелементів шляхом екстракції макрокомпонента.
45. Техніка та методика екстракційного концентрування. Періодична екстракція.
46. Застосування трифазних систем у пробопідготовці.
47. Екстракція розплавами.
48. Неперервна екстракція важкими розчинниками.
49. Неперервна екстракція легкими розчинниками.
50. Неперервна екстракція з твердих речовин.
51. Твердофазна екстракція.
52. Твердофазна мікроекстракція.
53. Газова екстракція.
54. Теоретичні основи сорбційного концентрування. Види сорбції та способи її проведення.
55. Особливості застосування активованого вугілля в сорбційно му концентруванні елементів.
56. Сорбція на карбонвмісних та пористих полімерних сорбентах.
57. Комплексоутворювальні сорбенти, їх види та особливості використання.
58. Застосування хемосорбції в пробопідготовці.
59. Особливості вловлювання аерозолів.
60. Фізико-хімічні характеристики сорбентів.
61. Особливості застосування виморожування в пробопідготовці рідких зразків.
62. Різновиди криогенного концентрування газоподібних речовин. Кріофокусування.
63. Теоретичні основи мікрохвильової інтенсифікації пробопідготовки.
64. Особливості мікрохвильового прискорення розкладу аналізованих зразків.
65. Мікрохвильова інтенсифікація реакцій утворення аналітичних форм.
66. Особливості інтенсифікації екстракційної пробопідготовки мікрохвильовим випромінюванням.
67. Особливості інтенсифікації сорбційної пробопідготовки мікрохвильовим випромінюванням.
68. Способи здійснення та механізм фотомінералізації.
69. Перспективи застосування ексилламп як джерел УФ-мінералізації.
70. Поєднання УФ-мінералізації з вольтамперометричним аналізом.
71. Фотохімічне генерування летких форм елементів в методах атомної спектроскопії.
72. Фізичні властивості та особливості поширення ультразвуку.
73. Основні напрямки застосування інтенсифікації етапів пробопідготовки дією ультразвуку.
74. Ультразвукове розчинення та гомогенізація.
75. Акустичне емульгування та суспендування.
76. Використання ультразвуку в інтенсифікації екстракційних процесів.
77. Сорбція в ультразвуковому полі.
78. Ультразвукова активація мінералізації.

#### 4. СТРУКТУРА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

№ теми	НАЗВИ ЗМІСТОВИХ МОДУЛІВ І ТЕМ	Кількість годин			
		лк	п	лаб	ср
<b>Методи пробовідбору об'єктів довкілля. Попередня підготовка проб. Екстракція</b>					
1.	Пробовідбір, основні поняття пробовідбору. Класифікація способів пробовідбору. Мінімальний розмір проби. Статистика пробовідбору.	1		2	4,5
2.	Методи відбору проб об'єктів довкілля. Взаємозв'язок пробовідбору з методами аналізу.	1		2	4,5
3.	Джерела похибок під час проведення розкладу аналізованих зразків та способи їх уникнення.	1		2	4,5
4.	Попередня підготовка проб: зберігання; консервування та транспортування; подрібнення; очищення, фракціонування та концентрування проб.	1		2	4,5
<b>Модульний колоквиум 1</b>					
5.	Екстракція. Основні поняття. Умови вибору екстрагента. Шляхи підвищення селективності екстракції.	1		2	4,5
6.	Типи екстракційних систем. Теоретичні основи екстракції. Способи проведення екстракції. Техніка та методика екстракційного концентрування.	1		2	4,5
<b>Поточна контрольна робота 1</b>					
<b>Разом за зміст. М1</b>		<b>6</b>		<b>12</b>	<b>27</b>
<b>Комбіновані та гібридні методи. Методи інтенсифікації пробопідготовки</b>					
7.	Сорбційні методи. Загальні положення. Типи сорбентів. Фізико-хімічні характеристики сорбентів.	1		2	4,5
8.	Концентрування осадженням та співосадженням. Типи співосадників. Керована кристалізація та кріогенне концентрування.	1		2	4,5
9.	Електрохімічні методи розділення та концентрування. Кулонометрія як метод розділення, прискорений електроліз, електроліз з ртутним катодом, внутрішній електроліз, цементация	1		2	4,5
10.	Інверсійна вольтамперометрія, електродні реакції, які використовують на етапі концентрування аналіту. Використання екстракції на етапі концентрування чи визначення. Іонообмінне концентрування модифікованою поверхнею електрода.	1		2	4,5
11.	Методи інтенсифікації пробопідготовки. Інтенсифікація мікрохвильовим випромінюванням. Чинники, які впливають на ефективність дії мікрохвильового випромінювання.	1		2	4,5
12.	Особливості та переваги застосування мікрохвильового випромінювання в інтенсифікації різних етапів пробопідготовки. Мікрохвильова інтенсифікація екстракційного та сорбційного концентрування мікрокомпонентів.	1		2	4,5

13.	Застосування УФ-випромінювання в пробопідготовці. Способи здійснення та механізм фотомінералізації.	1	2	4,5
14.	Поєднання УФ-мінералізації з вольтамперометричним аналізом. Фотохімічне генерування летких форм елементів у методах атомної спектроскопії. Переваги способів сучасної фотохімічної мінералізації.	1	2	4,5
15.	Ультразвукова активація пробопідготовки. Фізичні властивості та особливості поширення ультразвуку.	1	2	4,5
16.	Інтенсифікація етапів пробопідготовки дією ультразвуку: розчинення, мінералізація та гомогенізація в ультразвуковому полі, акустичне емульгування та суспендування, ультразвукова інтенсифікація екстракційних та сорбційних процесів.	1	2	4,5
<b>Модульний колоквіум 2</b>				
<b>Разом за зміст. М2</b>		<b>10</b>	<b>20</b>	<b>45</b>
<b>Всього</b>		<b>16</b>	<b>32</b>	<b>72</b>

### 7. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	К-сть год
1	Пробопідготовка харчових продуктів для фотометричного визначення вмісту крохмалю	4
2	Екстракційно-фотометричне визначення барвників у харчових продуктах / Екстракційно-фотометричне визначення Pd(II) у відходах виробництва	6
3	Концентрування мікроелементів, які містяться в природних водах, за допомогою сорбції на активованому вугіллі	6
4	Порівняння ефективності екстракції та озолення матриці при пробопідготовці вугільної сажі для визначення вмісту галію / Порівняння ефективності методик атомно-абсорбційного визначення нікелю в маргарині з руйнуванням та без руйнування органічної матриці	8
5	Концентрування домішок Pb(II) на стронцій сульфаті, за рахунок ізоморфного співосадження / Концентрування і полярографічне визначення домішок стануму та свинцю у металічній міді або сплавах на її основі	8
<b>Разом</b>		<b>32</b>

### 8. Самостійна робота

№ з/п	Назва теми	К-сть год
1	Ознайомлення з класифікацією способів пробовідбору.	9,0
2	Реферування методик пробовідбору та попередньої підготовки об'єктів довкілля – ґрунтів та сипучих середовищ, вод, повітря та газових сумішей.	9,0
3	Опрацювання сучасних підходів до використання екстракційних методів в пробопідготовці (твердофазна екстракція/мікроекстракція, газова екстракція, надкритична флюїдна екстракція тощо).	9,0
4	Ознайомлення з особливостями використання та способами модифікації основних типів сорбентів.	4,5
5	Ознайомлення з підходами щодо використання органічних та неорганічних колекторів для концентрування слідових кількостей речовин.	4,5
6	Ознайомлення з новими напрямками електрохімічних методів аналізу в концентруванні та визначенні мікрокомпонентів.	9,0
7	Опрацювання літературних даних щодо інтенсифікації різних етапів пробопідготовки дією мікрохвильового випромінювання.	9,0
8	Опрацювання літературних даних щодо інтенсифікації етапів пробопідготовки дією ультразвуку.	9,0
9	Опрацювання літературних даних щодо застосування УФ-випромінювання в пробопідготовці.	4,5
10	Опрацювання літературних даних щодо використання унікальних приладів в пробопідготовці та хімічному аналізі.	4,5
<b>Разом</b>		<b>72</b>

## 11. Методи контролю

**Система контролю знань.** Навчальна дисципліна „Пробопідготовка в хімічному аналізі” оцінюється за модульно-рейтинговою системою за 100-бальною шкалою. Вона складається з **1** модуля та **2** змістових модулів.

### Змістовий модуль 1

Максимальна кількість балів – **26**. Передбачається проведення зі студентами **2** лабораторних робіт, написання 1 колоквиуму на тему „Методи пробовідбору об’єктів довкілля. Попередня підготовка проб”, **1** контрольної роботи на тему „Екстракція”.

### Змістовий модуль 2

Максимальна кількість балів – **24**. Передбачається проведення **3** лабораторних робіт, написання **1** модульного колоквиуму на тему „Методи інтенсифікації пробопідготовки”.

**Оцінка за лабораторну роботу** включає в себе: допуск до роботи – 1 бал; виконання роботи – 1 бал; оформлення та захист звіту – 3 бали (два складних питання та задача по 1 балу).

**Оцінка за контрольну роботу** включає в себе розгорнуті відповіді на два теоретичних запитання – по 2 бали та розв’язання задачі – 3 бали.

**Оцінка за колоквиум** „Методи пробовідбору об’єктів довкілля. Попередня підготовка проб” включає в себе короткі відповіді на 6 запитань (2 тестові) – по 1 балу та розгорнуту відповідь на практичне завдання – 3 бали.

**Оцінка за колоквиум** „Методи інтенсифікації пробопідготовки” включає в себе розгорнуті відповіді на два теоретичних запитання – по 3 бали та розв’язання задачі – 3 бали.

**Оцінка за екзамен** включає в себе розгорнуті відповіді на 4 теоретичних запитання – по 10 балів та розв’язання задачі – 10 балів.

## 12. Розподіл балів, що присвоюються студентам

Поточне тестування та самостійна робота									Іспит	Сума
Змістовий модуль 1			Змістовий модуль 2							
T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9		
26			24						50	100

Рейтингова оцінка контролю знань студентів (у балах)

№	Вид контролю	Кількість форм контролю	Межі балів	Сумарний бал
1	Колоквиум	2	6,0-9,0	12,0-18,0
2	Контрольна робота	1	5,0-7,0	5,0-7,0
3	Допуск до лабораторних робіт, виконання і захист	5	2,5-5,0	12,5-25,0
<b>Загальна сума балів</b>				<b>29,5-50,0</b>

Модулі та їх оцінювання:

№	Модуль	Види контролю	К-сть видів	Сума балів
1	Змістовий модуль 1. Методи пробовідбору об’єктів довкілля. Попередня підготовка проб. Екстракція.	Колоквиум	1	6,0-9,0
		Контрольна робота	1	5,0-7,0
		Лабораторна робота	2	5,0-10,0
2	Змістовий модуль 2. Комбіновані та гібридні методи. Методи інтенсифікації пробопідготовки	Колоквиум Лабораторна робота	1 3	6,0-9,0 7,5-15,0

Якщо за результатами модульно-рейтингового контролю студент отримав за два змістові модулі сумарну оцінку **менше ніж 30 балів (підсумкових)** і не виконав хоча б одну лабораторну роботу, то він/вона не допускається до екзамену, оскільки не виконав усі види робіт, які передбачаються навчальним планом на семестр.

## Оцінювання знань:

Бал	ECTS	Оцінка	
90-100	<b>A</b>	<b>5</b>	Відмінно
81-89	<b>B</b>	<b>4</b>	Добре
71-80	<b>C</b>		
61-70	<b>D</b>	<b>3</b>	Задовільно
51-60	<b>E</b>		
30-50	<b>FX</b>	<b>2</b>	Можлива перездача іспиту Повторення всього курсу
1-29	<b>F</b>		

### 13. Методичне забезпечення

1. Врублевська Т.Я., Ридчук П.В. “Пробопідготовка в аналізі об’єктів довкілля” (авторський наклад): навч.-метод. посіб. для студ. хім. факультету. – Львів: Видавн. центр Львівського національного університету імені Івана Франка, 2017. – 382 с.
2. Врублевська Т.Я., Тимошук О.С. Методи розділення та концентрування речовин в аналізі складних речовин: Навч. посіб. – Львів: Видавн. центр Львівського національного університету імені Івана Франка, 2007. – 216 с.

### 14. РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

#### Базова

1. Халаф В.А., Зайцев В.М. Пробопідготовка та пробовідбір в хроматографії: навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. – К.: – 2010. – 280 с.
2. Набиванец Б.Й., Сухан В.В., Калабіна Л.В. Аналітична хімія природного середовища. К.: Либідь. 1996.– 304 с.
3. Lokonto P.R. Trace environmental quantitative analysis. Principles, techniques, and applications. Marcel Dekker, Inc. 2001 – 656 p.
4. Зайцев В.М. Комплексоутворюючі кремнеземи. Синтез, будова привитого шару і хімія поверхні. Харків: Фоліо. 1997. – 234 с.

#### Допоміжна

1. Poole C.F. Handbooks in separation science liquid-phase extraction. Elsevier Inc. 2020 – 796 p.
2. Poole C.F. Solid-phase extraction. Elsevier Inc. 2020 – 720 p.
3. Каліненко О.С. Прискорення пробопідготовки харчових продуктів та товарів повсякденного використання дією ультразвуку: дис. ... д-ра. хім. наук за спеціальністю 02.00.02. – аналітична хімія / О. С. Каліненко – ДВНЗ «Ужгородський національний університет». – Ужгород, 2018.
4. Yurchenko O. I. Ultrasound to intensify of food dry mineralization by the oxidants in vapour form / O. I. Yurchenko, A. N. Vaklanov, E. A. Belova, et. all. // ISJ Theoretical & Applied Science. – 2015. – Vol. 07, N 27. – P. 122–129.
5. Бакланов О. М. Ультразвук в хімічному аналізі: генерація аналітичного сигналу та інтенсифікація пробопідготовки: дис. ... д-ра. хім. наук за спеціальністю 02.00.02. – аналітична хімія / О. М. Бакланов – Київський національний університет імені Тараса Шевченка.– Київ, 2004.
6. Чмиленко Ф. А. Ультразвук в аналітичній хімії. Теорія і практика / Ф. А. Чмиленко, А. Н. Бакланов.– Дніпропетровск: Вид-во Дніпропетр. ун-ту, 2001.– 264 с.
7. Підготовка проб в умовах мікрохвильового нагріву / Кубракова І. В., Мясоєдова Г. В., Єршомин С. А. // Методи та об’єкти хімічного аналізу. – 2006. – Т. 1, № 1. – С. 27–34.
8. Chen D., Sharma S.K., Mudhoo A. Handbook on applications of ultrasound. sonochemistry for sustainability. – Taylor & Francis Group, LLC, 2012. – 728 p.
9. Pankaj, Muthupandian Ashokkumar. Theoretical and experimental sonochemistry involving inorganic systems. Springer Dordrecht Heidelberg London New York, 2011. – 420 p.

*Курс веде доц. П.В. Ридчук.*