Задание: Сделать конспект приготовиться к тестам.

АХХФМА ТАКХС -21

Лекция 8 тема: Степень извлечения, коэффициент концентрирования, коэффициент разделения.

Каждый метод концентрирования имеет свои количественные характеристики. При описании любого метода концентрирования используют по крайней мере три величины: степень извлечения, коэффициент концентрирования, коэффициент разделения.

*Степень извлечения R* — это безразмерная величина, показывающая, какая доля от абсолютного количества микрокомпонента сосредоточена в концентрате: 

где *qK* и *qn*р — абсолютные количества микрокомпонента в концентрате и пробе. Степень извлечения чаще выражают в процентах:



Степень извлечения обычно составляет менее 100% (или менее 1, если не переводят в проценты), поскольку микрокомпонент может теряться на стадиях разложения пробы и концентрирования вследствие испарения или неполного отделения, неполного разложения пробы, неаккуратных действий экспериментатора и значительной сорбции микрокомпонента стенками посуды и аппаратуры.

Зная степень извлечения, можно исправить результат определения, введя поправку на систематическую погрешность из-за потери микрокомпонента при неполном его извлечении, например, если степень извлечения равна 0,8, результат анализа следует разделить на 0,8.

Степень извлечения чаще всего устанавливают путем анализа стандартных либо специально приготовленных образцов с известным содержанием микрокомпонента. Из-за возможности потерь и загрязнений такой анализ следует проводить в строго контролируемых условиях, полностью имитирующих реальный процесс концентрирования. Степень извлечения может зависеть от концентрации микрокомпонента и его агрегатного состояния, что выясняют обычно на стадии разработки и апробации конкретного приема концентрирования.

Как правило, при работе с низкими концентрациями опасность потерь возрастает. В неорганическом анализе в большинстве случаев необходимо достигать степени извлечения микрокомпонентов более чем 95% или, по крайней мере, 90%.

*Коэффициент концентрирования,* или *фактор обогащения, К*показывает, во сколько раз изменилось отношение абсолютных количеств микрокомпонента и матрицы в концентрате и в исходной пробе:



где *QK* и *Qnp —* абсолютные количества матрицы в концентрате и пробе, *qK* и с/пр — абсолютные количества микрокомпонента там же, ЛМикр и /?мшр— степень извлечения микрокомпонента и матрицы. Таким образом, коэффициент концентрирования можно выразить через отношение степеней извлечения микрокомпонента и матрицы. При любом практически полезном концентрировании Лмикр = 1, так что



Так как с/||р <С *Q*,,р и *qK* <С *QK,* то *Qnp* и *QK* обычно принимают равными общей массе пробы и концентрата соответственно. Если степень извлечения равна 1 (*R —* 100%), формула упрощается:



Коэффициент концентрирования учитывают при построении градуировочных графиков, выражающих зависимость аналитического сигнала от массы или концентрации микрокомпонентов. Поправку на коэффициент концентрирования вносят также при проведении количественного анализа другими методами, например при использовании метода добавок.

Выбор коэффициента концентрирования зависит от содержания микрокомпонента в пробе и применяемого метода анализа. Иногда (особенно при анализе следов) требуется достижение коэффициента концентрирования > 105, однако в большинстве анализов достаточным оказывается AT = 102 ч-104, так как современные методы определения микрокомпонентов обладают высокой чувствительностью и хорошей селективностью. Применение многостадийного разделения позволяет повысить коэффициент концентрирования микрокомпонентов без заметных потерь.

При высоких степенях абсолютного концентрирования массу концентрата трудно измерить с необходимой точностью. В этом случае концентрацию микрокомпонента в пробе (*х*, *%)* рассчитывают по формуле:



г. е. концентрация микрокомпонента в пробе равна отношению количеств микрокомпонента и макрокомпонента в пробе, выраженному в процентах:



*Коэффициент разделения S* есть величина, обратная коэффициенту концентрирования:



Наряду с разделением компонентов и концентрированием микрокомпонентов важное значение имеет *очистка* — операция, при которой нужно сохранить основу (макрокомпонент), отбросив примеси.

Лекция 9

**Методы разделения, концентрирования и устранения мешающих анализу компонентов**

В практике химического анализа часто встречаются ситуации, когда надежному и точному определению компонента мешают другие компоненты, присутствующие в анализируемом образце, в том числе и основные, составляющие матрицу образца. Устранить влияние метающих компонентов можно двумя способами. Первый способ, так называемое *маскирование,* заключается в переводе мешающего компонента в аналитически неактивную форму. Эту операцию можно провести непосредственно в аналитической системе, причем мешающие компоненты остаются в этой же системе.

Этот прием не всегда удается осуществить, особенно при анализе многокомпонентных смесей. В этом случае используют второй способ — разделение компонентов и (или) концентрирование определяемого компонента. Концентрирование определяемого компонента применяется также в том случае, если его содержание в анализируемой системе оказывается ниже предела обнаружения выбранного аналитического метода. Операции разделения и концентрирования часто совмещаются.

*Разделение* — это операция (процесс), в результате которой компоненты, составляющие исходную смесь, отделяются один от другого.

*Концентрирование —* операция (процесс), в результате которой повышается отношение концентрации или количества микрокомпонента к концентрации или количеству макрокомпонента.

При концентрировании микрокомпоненты либо собираются в меньшем объеме или массе (*абсолютное концентрирование),* либо отделяются от макрокомпонента таким образом, чтобы отношение концентрации микрокомпонента к концентрации макрокомпонента повышалось (*относительное концентрирование).* Примером абсолютного концентрирования может служить упаривание пробы при анализе природных вод.

Различают *групповое* и *индивидуальное* разделение и концентрирование. При групповом за один прием выделяется несколько компонентов, при индивидуальном — один.