

Контрольні питання для підготовки до першого модулю

Методологія інструментальних методів хімічного аналізу

1. Роль та місце інструментальних методів аналізу в розвитку цивілізації.
2. Різновиди хімічного аналізу (класифікація за природою аналіту, за об'єктом аналізу, тощо).
3. Класифікація інструментальних методів аналізу (ІМА).
4. Особливості, переваги та недоліки інструментальних методів аналізу у порівнянні з класичними хімічними методами аналізу.
5. Області використання методів хімічного аналізу.
6. Вимоги до методів аналізу та їх метрологічні характеристики.
7. Правильність результатів та способи її оцінювання. Види похибок.
8. Чутливість інструментальних методів аналізу – дефініція та способи оцінки.
9. Межа виявлення методів та методик аналізу та способи її зменшення.
10. Відтворюваність, повторюваність результатів аналізу та їх вплив на інші метрологічні характеристики методик.
11. Селективність методів, способи підвищення селективності методик та їх оцінка.
12. Область придатності методу, діапазон лінійності та діапазон визначуваних вмістів.
13. Робастність, документальність, експресність ІМА.
14. Валідація методик – дефініції, обсяг процедур, використання.
15. Сучасний стан та перспективи розвитку ІМА.
16. Роль та місце ІМА у вирішенні технологічних, наукових екологічних проблем, експертизи, розвитку інших наук, людської цивілізації.
17. Етапи проведення аналізу – загальна схема.
18. Особливості відбору проб різного агрегатного стану.
19. Основні операції пробопідготовки. Важливіші методи розділення та концентрування.
20. Шляхи інтенсифікації пробопідготовки.
21. Способи вимірювання сигналу та проведення кількісного аналізу.
22. Метод градувального графіку.
23. Метод добавок.
24. Метод стандарту та постійного коефіцієнту.
25. Алгоритм статистичної обробки результатів аналізу.
26. Т-тестова статистика у оцінці правильності результатів аналізу (порівняння з істинним значенням та порівняння результатів різних методик)
27. Стандартні зразки, хімічні стандарти - вимоги та використання.
28. Способи вираження концентрації.
29. Екстракція (звичайна та твердофазна) – основи та використання для пробопідготовки.
30. Джерела похибок процесу аналізу. Закон поширення похибок.

ПОТЕНЦІОМЕТРІЯ

1. Теоретичні основи та суть методів потенціометричного аналізу.
2. Рівняння Нернста.
3. Дифузійний потенціал, його роль в потенціометрії.
4. Пряма потенціометрія (іонометрія) та потенціометричне титрування.
5. Механізм виникнення електродних потенціалів. Подвійний електричний шар.
6. Класифікація електродів. Електронообмінні - 1-го роду, 2-го роду, 3-го роду, окисно-відновні.
Рівняння, які описують залежність потенціалу даних електродів від різних факторів.
7. Іонообмінні - іоно-селективні мембранні електроди: тверді, рідкі, гомогенні, гетерогенні, скляні, кристалічні, з іонообмінником, з нейтральним переносником.
8. Особливості конструкції ІСЕ із внутрішнім розчином та твердим контактом.
9. Рівняння Нікольського в описі поведінки іоно-селективних електродів.
10. Схема вимірювання потенціалів. Апаратура.
11. Індикаторні електроди та електроди порівняння.
12. Стандартний водневий електрод - конструкція, використання.
13. Конструкція та використання хлор-срібного і каломельного електродів
14. Іоно-селективний електрод для визначення фторид-іонів.

15. Скляний рН-електрод.
16. Пластифіковані мембранні електроди для визначення іонів нітрату, калію, кальцію, амонію.
17. Твердотільні електроди на основі сульфідів та галогенідів срібла.
18. Ензимні та газові електроди.
19. Методи кількісного потенціометричного аналізу. Метод градуувального графіка, метод добавок.
20. Потенціометричне титрування. Класифікація по типу хімічної реакції.
21. Обробка результатів потенціометричного аналізу. Способи знаходження точки еквівалентності в потенціометричному титруванні. Методи обробки кривих титрування. Перша, друга похідна, метод Грана.
22. Области практичного використання потенціометрії.
23. Хіміко-аналітичні та метрологічні характеристики методів потенціометрії. Переваги, недоліки методів.
24. Потенціометричні датчики - сенсори. Поняття про сенсорну техніку.
25. Класифікація сенсорів. Використання електрохімічних сенсорів.
26. Іоно-селективні польові транзистори.
27. Принципи вибору індикаторного електроду в потенціометричному титруванні.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРІЯ

1. Полярографія. Принцип методу.
2. Полярографічний спектр, полярографічна хвиля та їх характеристика.
3. Класифікація методів вольтамперометрії за формою прикладеної напруги та за способом реєстрації ВА залежностей.
4. Перерахуйте конструкційні матеріали, що використовуються для виготовлення робочого електроду у вольтамперометрії. Які основні конструкції робочих електродів у методах ВА.
5. Чому у ВА частіше використовують триелектродні комірки. Принципова схема полярографа.
6. Які електроди порівняння частіше використовують у ВА.
7. Схематично зобразіть (нарисуйте) полярографічний спектр розчину, що містить три деполаризатори (вказіть координати).
8. Запишіть рівняння Ільковича та розшифруйте всі його параметри.
9. Що називають характеристикою капіляру (РКЕ).
10. Чи залежить період капання (РКЕ) від прикладеного потенціалу.
11. Сформулюйте та роз'ясніть переваги РКЕ над іншими електродами у ВА.
12. Які види струмів мають місце у ВА. Як усувають міграційний струм у ВА.
13. Як усувають негативний вплив конденсаторного струму (струму зарядки) у полярографії.
14. Перерахуйте основні способи усунення полярографічних максимумів та хвиль кисню.
15. Нарисуйте загальний вигляд графічної залежності (вид аналітичного сигналу), яка одержується для суміші двох деполаризаторів у диференційно-імпульсній ВА.
16. Сформулюйте основні правила якісного полярографічного аналізу.
17. Які фактори впливають на потенціал півхвилі у полярографії.
18. Які методи кількісного ВА аналізу ви знаєте. Перерахуйте і дайте їх коротку характеристику.
19. В чому суть методу інверсійної вольтамперометрії, її основні особливості та переваги.
20. В чому суть адсорбційної інверсійної вольтамперометрії і якими перевагами вона володіє.
21. Окресліть межі використання методів ВА вкажіть їх переваги та недоліки.
22. Що таке хімічно-модифіковані електроди у ВА наведіть приклади.
23. Яка основна перевага високочастотної зміннострумової полярографії над іншими ВА методами.
24. Дайте коротку порівняльну характеристику аналітичних можливостей основних різновидів ВА.
25. Якісний та кількісний полярографічний аналіз.
26. Що таке перенапруга виділення, від яких факторів вона залежить?
27. Запишіть математичний вираз рівняння полярографічної хвилі (Гейровського-Кути) для катодного процесу.

28. В яких методах використовують характеристику – $E_{1/2}$, якими факторами вона визначається, і яку відіграє роль.
29. Вкажіть основні метрологічні характеристики інверсійної вольтамперометрії.
30. Сформулюйте основні принципи методу диференційно-імпульсної вольтамперометрії. Яку форму має одержувана в методі графічна залежність (аналітичний сигнал).
31. Вкажіть на можливі форми кривих амперометричного титрування. Відповідь ілюструйте графіками та відповідними хімічними реакціями чи півреакціями.
32. Якими факторами визначається сила дифузійного струму у вольтамперометрії.

Кулонометрія

1. Зобразіть принципову схему для проведення кулонометричних визначень методом потенціостатичної кулонометрії.
2. Запишіть математичний вираз об'єднаних законів Фарадея.
3. Що таке вихід за струмом, і в якому методі аналізу він має вирішальне значення.
4. Чому кулонометрію відносять до „абсолютних” методів аналізу.
5. Перерахуйте способи вимірювання кількості електричного струму в кулонометрії.
6. Перерахуйте способи встановлення кінця електрохімічної реакції в кулонометрії.
7. Як змінюється сила струму з часом в методі потенціостатичної кулонометрії.
8. Як змінюється сила струму з часом в методі амперостатичної кулонометрії.
9. Запишіть рівняння для розрахунку кількості електричного струму в методі потенціостатичної кулонометрії.
10. Які залежності фіксують в методі потенціостатичної кулонометрії.
11. Що служить аналітичним сигналом в кулонометрії.
12. Різновиди методів кулонометрії. Пряма кулонометрія та кулонометричне титрування.
13. Вихід по струму та його значення в кулонометричному аналізі.
14. Принципові схеми кулонометричних установок.
15. Кулонометри: гравіметричні, титриметричні (титраційні), газові їх конструкція та принцип роботи.
16. Способи фіксації моменту закінчення електрохімічної реакції: за допомогою кольорових індикаторів, потенціометричними, амперометричними та кондуктометричними методами.
17. Типи реакцій, які використовують в кулонометричному титруванні.
18. Області використання кулонометрії. Метрологічні характеристики кулонометричного методу аналізу.
19. Точність методу кулонометрії та фактори від яких вона залежить.
20. Чутливість кулонометричних визначень. Обґрунтування мінімальної визначуваної кількості речовини.
21. Переваги методу кулонометричного титрування перед класичним титруванням.
22. Використання кулонометрії для визначення органічних речовин.
23. Який вигляд має експериментальна та теоретична залежності сили струму від прикладеної напруги при електролізі.
24. Як розраховується напруга (потенціал розкладу), необхідна для надійної роботи електрохімічної комірки (при електролізі).
25. Особливості електролізу при постійній силі струму.
26. Особливості електролізу при постійному потенціалі.
27. Що таке зовнішня та внутрішня генерація титранту в кулонометрії. Поясніть їх на основі графічного зображення можливих варіантів електролітичних комірок та практичного використання методу для визначення речовин.
28. Чи можна визначити іони купруму в присутності іонів аргентуму методом прямої кулонометрії. Відповідь обґрунтуйте.
29. Викладіть основні принципи та особливості кулонометричного визначення хлорид-іонів.
30. Які ви знаєте способи вимірювання кількості електричного струму у потенціостатичній кулонометрії, і в чому їх суть.
31. Наведіть любі два приклади використання методу кулонометричного титрування. Запишіть відповідні електрохімічні та хімічні реакції.
32. Якими перевагами та недоліками володіють методи кулонометрії в порівнянні з іншими методами аналізу.

Кондуктометрія

33. В чому суть кондуктометричного методу аналізу?
34. Що називають питомою та еквівалентною електропровідністю розчину?
35. Як впливають на електропровідність:
 - а) природа електроліту та розчинника;
 - б) концентрація електроліту (сильного, слабого);
 - в) температура?
36. Вкажіть важливіші області застосування прямої кондуктометрії.
37. В чому суть кондуктометричного титрування і якими особливостями воно володіє?
38. Який вигляд мають криві кондуктометричного титрування для реакцій:
 - а) кислотно-основної взаємодії;
 - б) осадження;
 - в) комплексоутворення?
39. Як проводять кондуктометричне титрування сумішей речовин, і коли це можливо?
40. Наведіть простішу схему установки для вимірювання електропровідності розчину.
41. Що таке хронокондуктометричне титрування?
42. В чому суть високочастотного титрування?
43. Особливості методу високочастотного титрування.
44. Области використання високочастотного титрування.
45. Схематично нарисуйте криву титрування хлоридної кислоти розчином лугу.
46. Нарисуйте схематично криву титрування сульфатної кислоти розчином барій хлориду.
47. Якими перевагами володіє високочастотне титрування перед іншими титриметричними методами.
48. Що таке еквівалентна та питома електропровідності.
49. Нарисуйте принципову схему для вимірювання електропровідності розчинів.
50. Що таке стала електролітичної комірки і яким чином вона встановлюється.